



SKRIPSI

**PERBANDINGAN KONDISI OPTIMUM PEREDUKSI
NATRIUM TIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) DAN
HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)
PADA ANALISA KADAR TOTAL BESI SECARA
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

**DEVITA DWINING PANGASTUTI
NRP 1413 100 022**

**Dosen Pembimbing
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., MS
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



SCRIPT

COMPARISON OF OPTIMUM CONDITIONS BETWEEN REDUCTOR SODIUM THIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) AND HYDROXYLAMINE HYDROCHLORIDE ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) ON ANALYSIS IRON CONTENT BY UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY

**DEVITA DWINING PANGASTUTI
NRP 1413 100 022**

**Supervisor Lecturer
Drs. R. Djarot Sugiarto K.S, M.S
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si**

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

**PERBANDINGAN KONDISI OPTIMUM PEREDUKSI
NATRIUM TIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) DAN
HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$)
PADA ANALISA KADAR TOTAL BESI SECARA
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

SKRIPSI

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Program Studi S-1
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

DEVITA DWINING PANGASTUTI
NRP 1413 100 022

Surabaya, 19 Januari 2017

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

PERBANDINGAN KONDISI OPTIMUM PEREDUKSI NATRIUM TIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) DAN HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) PADA ANALISA KADAR TOTAL BESI SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS

SKRIPSI

DEVITA DWINING PANGASTUTI
NRP 1413 100 022

Surabaya, 19 Januari 2017

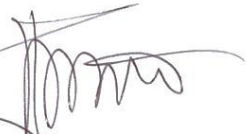
Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S
NIP. 19650419 198803 1 001



Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si
NIP. 19740428 199802 1 001



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP 19710616 199703 1 002

Bismillahirrahmanirrahim

Alhamdulillahirabbil‘alamin

Puji Syukur kepada Allah SWT

Teruntuk Ibu, Ayah, dan keluarga tercinta

Teman-teman Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik,
serta teman-teman ANORTHITE

Bapak dan Ibu dosen serta semua pihak yang telah memberikan
dukungan dan semangatnya

**PERBANDINGAN KONDISI OPTIMUM PEREDUKSI
NATRIUM TIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) DAN
HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) PADA
ANALISA KADAR TOTAL BESI SECARA
SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Nama : Devita Dwining Pangastuti
NRP : 1413 100 022
Jurusan : Kimia
Pembimbing : Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S.
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

Abstrak

Pada penelitian ini dibandingkan aktivitas pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ yang meliputi pH optimum, waktu pembentukan kompleks dan konsentrasi optimum. Penentuan λ_{maks} diperoleh pada 512 nm. Selanjutnya optimasi pH buffer suasana asam diperoleh pH 4,5 untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan pH 5,5 untuk $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$. Kedua pereduksi masing-masing dapat mereduksi optimum pada pendiaman 15 menit. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ditemukan masih stabil di atas 15 menit, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ sudah rusak. Selain itu, dilakukan penentuan konsentrasi optimum pereduksi, dihasilkan 10 ppm pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan 11 ppm $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ untuk mereduksi 5 ppm larutan Fe^{3+} .

**Kata Kunci : Fe(II) -o-fenantrolin, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$,
Spektrofotometer UV-Vis, 1,10-fenantrolin**

COMPARISON OF OPTIMUM CONDITIONS BETWEEN REDUCTOR SODIUM THIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) AND HYDROXYLAMINE HYDROCHLORIDE ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) ON ANALYSIS IRON CONTENT BY UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY

Name : Devita Dwining Pangastuti
NRP : 1413 100 022
Department : Chemistry
Supervisor : Drs. R. Djarot Sugiarto K.S., M.S.
Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si

Abstract

In this research, the activities of reductant $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ were compared include optimum pH, time of complex formation and optimum concentration. Determination λ_{maks} was obtained at 512 nm. Optimization of pH buffer in acidic conditions were obtained pH 4,5 and 5,5 for reductant $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, respectively. Both reductants can reduce optimally at 15 minutes. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ was found relatively stable over 15 minutes, while $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ damaged. In addition, the determination of optimum concentration of reductant were produced 10 ppm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ and 11 ppm $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ to reduce 5 ppm solution of Fe^{3+} .

Keywords : Fe(II)-o-phenanthroline, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, UV-Vis Spectrophotometer, 1,10-phenanthroline

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul **“PERBANDINGAN KONDISI OPTIMUM PEREDUKSI NATRIUM TIOSULFAT ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) DAN HIDROKSILAMIN HIDROKLORIDA ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) PADA ANALISA KADAR TOTAL BESI SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS”** dengan baik. Tulisan ini terwujud berkat bimbingan, bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Drs. R. Djarot Sugiarso K.S, M.S, selaku dosen pembimbing I yang senantiasa memberikan motivasi dan bimbingan selama proses penelitian dan penulisan naskah.
 2. Dr. rer. nat. Fredy Kurniawan, M.Si, selaku dosen pembimbing II sekaligus kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik yang telah memberikan izin selama melakukan penelitian.
 3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA ITS atas fasilitas dan pengarahan yang diberikan.
 4. Drs. Djoko Hartanto, M.Si, selaku dosen wali yang telah memberikan pengarahan dan nasihat.
- Jika terdapat kesalahan dalam penulisan naskah ini, diharapkan saran dan kritik untuk perbaikan di kemudian hari.

Surabaya, 19 Januari 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	Error! Bookmark not defined.
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Tinjauan Umum tentang Besi.....	5
2.1.1 Tinjauan tentang Besi(II).....	6
2.2 Agen-Agen Pereduksi.....	7
2.2.1 Natrium Thiosulfat	8
2.2.2 Hidroksilamin hidroklorida	9
2.3 Reagensia o-fenantrolina	10
2.3.1 Senyawa Kompleks Fe(II)-o-fenantrolin.....	12
2.4 Senyawa Kompleks	14
2.5 Larutan Buffer	15
2.6 Tinjauan tentang Spektrofotometri UV-Vis	16
2.7 Validasi Metode	19
2.7.1 Akurasi	19
2.7.2 Presisi	20
2.7.3 Selektifitas dan Spesifitas.....	21

2.7.4 Batas Deteksi (<i>Limit of Detetion</i> , LOD) dan Batas Kuantifikasi (<i>Limit of Quantification</i> , LOQ).....	21
2.7.5 Linearitas	22
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	25
3.1 Alat dan Bahan	25
3.2 Prosedur Kerja.....	25
3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm	25
3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm	25
3.2.3 Pembuatan Larutan ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) 100 ppm.....	26
3.2.4 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm.....	26
3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat	26
3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko Panjang Gelombang Maksimum.....	27
3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.....	27
3.2.8 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat	27
3.2.9 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi.....	28
3.2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	29
4.1 Panjang Gelombang Maksimum Besi	29
4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat.....	32
4.3 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks	34
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi	37
BAB V KESIMPULAN	41
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN	47
BIODATA PENULIS.....	79

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Besi	5
Gambar 2.2 Struktur Natrium Tiosulfat	8
Gambar 2.3 Reaksi Fe^{2+} dengan orto-fenantrolina	11
Gambar 2.4 Struktur Kompleks $\text{Fe(II)-o-fenantrolin}$	12
Gambar 2.5 Pemisahan elektronik orbital d^6 akibat ligan medan kuat	13
Gambar 2.6 Hibridisasi Kompleks $\text{Fe(II)-o-fenantrolin}$	13
Gambar 2.7 Diagram Skematis Spektrofotometer UV-Vis	19
Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe(fenantrolin)}_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada Rentang 450-600 nm dengan Interval 1 nm	30
Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe(fenantrolin)}_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada Rentang 500-520 nm dengan Interval 1 nm	31
Gambar 4.3 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe(fenantrolin)}_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ pada Rentang 450-600 nm dengan interval 1 nm.	31
Gambar 4.4 Kurva pH optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ suasana asam	33
Gambar 4.5 Kurva pH optimum $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ suasana asam	33
Gambar 4.6 Kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}$	35
Gambar 4.7 Kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$	36
Gambar 4.8 Kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	38
Gambar 4.9 Kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$	38

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Warna Komplementer pada spektrum sinar tampak ...18

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A LANGKAH PENELITIAN ... **Error! Bookmark not defined.**

LAMPIRAN B SKEMA KERJA48

B.1 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} 100 ppm48

B.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm48

B.3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm.....48

B.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm49

B.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat.....49

B.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum50

B.7 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat51

B.8 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks.....52

B.9 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi.....53

LAMPIRAN C PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN .54

C.1 Pembuatan Larutan Fe^{3+} 100 ppm54

C.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm55

C.3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm.....56

C.4 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm58

C.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5.....58

LAMPIRAN D DATA ABSORBANSI PEMBUATAN

PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM61

D.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi
Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)61

D.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi
Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)63

LAMPIRAN E PERHITUNGAN KECERMATAN (PRESISI)	64
E.1 Perhitungan Rataan	64
E.2 Standar Deviasi	65
E.3 <i>Coefficient of Variation</i> (CV)	67
E.4 <i>Relative Standard Deviation</i> (RSD).....	67
LAMPIRAN F DATA PERHITUNGAN KECERMATAN (PRESISI) KONDISI OPTIMUM.....	68
F.1. Penentuan pH Optimum Buffer Asetat untuk Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)	68
F.2. Penentuan pH Optimum Buffer Asetat untuk Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$)	69
F.3. Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).....	69
F.4. Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$).....	72
F.5. Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).....	74
F.6. Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$).....	75
LAMPIRAN G DATA PERBANDINGAN AKTIVITAS OPTIMUM PEREDUKSI	77

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Peningkatan kualitas dan kuantitas sumber daya manusia tidak terlepas dari peranan gizi, yakni vitamin dan mineral. Mineral seperti besi terdapat dalam tubuh manusia berbentuk ion-ion besi yakni Fe^{2+} (ferro) dan Fe^{3+} (ferri). Kedua ion tersebut disebut juga zat besi. Kekurangan zat besi mengakibatkan seseorang mengalami anemia sedangkan kelebihan zat besi menjadi penyebab penyakit jantung koroner dan kanker. Penentuan kadar besi penting dilakukan sebagai studi kesehatan dan menjamin kesejahteraan masyarakat. Penentuan kadar besi juga penting untuk perlindungan lingkungan karena ion besi ditemukan di perairan sebagai kontrol mobilitas air. Penentuan kadar besi dalam bidang hidrogeologi dilakukan karena selain ditemukan di air tanah, besi juga terdapat pada batuan di kerak bumi dalam bentuk oksida FeO 3,52% dan Fe_2O_3 2,63%. Alasan lain pentingnya penentuan kadar besi karena adanya proses kimia seperti korosi besi yang sangat merugikan bagi manusia (Garrow dan James, 1993).

Penentuan kadar besi dapat dilakukan dengan berbagai metode analisa dengan tingkat keunggulan yang berbeda. Metode analisa yang pernah dilakukan pada penelitian sebelumnya adalah ICP-OES oleh Xiong (2006) dan spektrofotometri serapan atom oleh Citak (2009). Kedua metode tersebut memerlukan instrumentasi yang mahal dan kurang praktis, maka penelitian lain dilakukan agar diperoleh metode analisa yang lebih sederhana dan terjangkau. Itodo (2012) yang menyatakan bahwa metode kolorimetri cukup terjangkau namun kurang sensitif dibandingkan spektrofotometri UV-Vis. Begitu pula Supartha (2016) yang menyatakan metode serimetri kurang akurat dibandingkan spektrofotometri UV-Vis. Berdasarkan alasan tersebut, pada penelitian ini digunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan keuntungan pengerjaannya cepat, sederhana,

murah, sensitif, serta mudah dalam menginterpretasikan hasil yang diperoleh. Spektrofotometri UV-Vis memiliki keunggulan lain yakni dapat mengukur besi dalam bentuk ion Fe^{2+} maupun Fe^{3+} sementara AAS dan ICP-OES mengukur besi dalam jumlah total logamnya (Peng dkk., 2015).

Salah satu syarat analisa dengan spektrofotometri UV-Vis adalah larutan uji harus berwarna sehingga besi harus dikomplekskan terlebih dahulu dengan pengompleks besi yang membentuk suatu warna spesifik. Pengompleks yang biasanya digunakan adalah molybdenum, tembaga dan ortofenatrolin. Metode dengan 1,10-fenantrolin bersifat langsung, selektif dan tidak diperlukan ekstraksi apabila penentuan dilakukan pada sampel (Malik, 2000). Selain itu, menurut penelitian Ningsih (2013) waktu kestabilan pengompleks 1,10-fenantrolin lebih lama yakni 2 bulan dibandingkan dengan pengompleks tiosianat yang hanya 15 menit. Pada penelitian ini digunakan agen pengompleks 1,10-fenantrolin karena kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dapat membentuk kompleks dengan warna merah jingga yang stabil dan tidak merubah nilai absorbansi dalam waktu tertentu. Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ terbentuk secara kuantitatif dalam kisaran pH 2-9 dengan konsentrasi reagen yang sesuai (Lazic, 2010).

Sebelum dilakukan pengompleksan, Fe^{3+} direduksi menjadi Fe^{2+} karena menurut Wang (2015), kompleks Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin lebih stabil dengan nilai konstanta kestabilan 21,0 sedangkan Fe^{3+} dengan 1,10-fenantrolin bersifat tidak stabil, dibuktikan dari konstanta kestabilan yang bernilai 14,1. Pereduksi Natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) digunakan karena merupakan pereduksi yang kuat untuk besi dan pereduksi ini mudah didapat. Penggunaan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dalam penelitian ini didasarkan pada hasil penelitian Puspaningtyas (2004) yang menemukan bahwa pada kondisi pH 4,5, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 11 ppm sudah mampu mereduksi larutan Fe^{3+} 5 ppm dengan prosen recovery sebesar 99,2438%. Hapsoro (2012) melakukan penelitian dengan menggunakan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) untuk mereduksi

Fe(III) menjadi Fe(II) dalam analisa kadar total besi. Pada penelitian ini diketahui bahwa natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) memiliki kemampuan yang lebih baik yakni dapat mereduksi besi sebesar 77,95% daripada $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang mereduksi besi sebesar 72,77%. Fisiana (2012) melakukan penelitian dengan menggunakan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan timah (II) klorida (SnCl_2) untuk mereduksi Fe (III) menjadi Fe (II). Dari hasil yang diperoleh menunjukkan SnCl_2 lebih baik karena dapat mereduksi besi dengan baik sebesar 78,45% daripada $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang mereduksi besi sebesar 78,23%, namun tidak jauh berbeda karena keduanya sama-sama memiliki kemampuan yang kuat untuk mereduksi besi.

Berdasarkan ASTM, pereduksi besi yang digunakan adalah hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$). Pemilihan hidroksilamin hidroklorida ini karena merupakan pereduksi yang kuat dan keberadaannya mudah didapat. Namun menurut Rahayu (2007) pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ memerlukan perlakuan khusus yakni setelah dibuat harus langsung digunakan saat itu juga, sehingga dibutuhkan alternatif pereduksi besi dengan kemampuan yang lebih baik.

Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ belum pernah ditentukan aktivitas optimumnya baik pH, waktu, maupun konsentrasi, sehingga dalam penelitian ini dilakukan analisa untuk mengetahui aktivitas optimum pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dibandingkan dengan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) untuk mengkonfirmasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan sebagai alternatif pereduksi menggantikan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, rumusan masalah yang diangkat pada penelitian ini adalah untuk mengetahui $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebagai alternatif pereduksi dengan cara membandingkan aktivitas optimum pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) meliputi, pH, waktu,

dan konsentrasi pada analisa kadar total besi menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan alternatif pereduksi dengan cara membandingkan aktivitas optimum pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) meliputi, pH, waktu, dan konsentrasi pada analisa kadar total besi menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

1.4 Manfaat

Penelitian ini bermanfaat untuk mengetahui aktivitas pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) pada analisa kadar total besi menggunakan spektrofotometer UV-Vis sehingga natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dapat dijadikan sebagai alternatif pereduksi pada penelitian yang berhubungan dengan reduksi besi untuk penentuan kadar total besi.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Umum tentang Besi

Besi dengan symbol Fe (dari bahasa latin : *ferrum*) merupakan logam dengan kelimpahan terbanyak setelah aluminium dan termasuk unsur yang melimpah dalam kulit bumi. Dalam susunan berkala, besi merupakan anggota golongan VIII B dengan nomor atom 26 dan massa 55,847 gram/mol. Titik lebur besi adalah 1535°C dan titik didihnya $\pm 3000^\circ\text{C}$. Besi yang murni adalah logam dengan warna putih-perak, namun sangat jarang terdapat besi komersial yang sifatnya murni. Biasanya besi mengandung sejumlah kecil karbida, silisida, fosfida, dan sulfida serta sedikit grafit. Zat-zat pencemar ini memainkan peranan penting dalam kekuatan struktur besi (Cotton, 2009). Besi lebih reaktif daripada logam anggota golongan VIII B lainnya dibuktikan bahwa besi bereaksi dengan asam non oksidator maupun asam oksidator. Besi berada pada rentang tingkat oksidasi yang lebar, -2 hingga +6. Tingkat oksidasi yang paling umum untuk besi adalah +2 dan +3. Tingkat oksidasi tertinggi yang dikenal untuk besi adalah +6 dalam $[\text{FeO}_4]^{2-}$, namun spesies ini sangat mudah tereduksi (Sugiyarto, 2010).



Gambar 2.1 Besi

Logam besi yang utama ditemukan dalam bentuk oksida atau oksida terhidrasi meliputi hematite Fe_2O_3 , magnetite Fe_3O_4 atau $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$, limonite $2\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan siderite FeCO_3 . Hematit adalah yang paling tinggi kelimpahannya setelah magnetit (Svehla, 1985).

Garam besi(II) atau fero diturunkan dari besi(II)oksida. Besi(II)oksida bersifat basa, larut dalam air menghasilkan ion Fe^{2+} dan berwarna sedikit hijau. Ion besi(II) dapat mudah dioksidasi menjadi besi(III), maka merupakan zat pereduksi yang kuat. Larutan besi(II) harus sedikit asam jika ingin disimpan untuk waktu yang agak lama. Asam klorida encer atau pekat dan asam sulfat encer melarutkan besi menghasilkan garam-garam besi(II) dan gas hidrogen (Cotton, 2009).

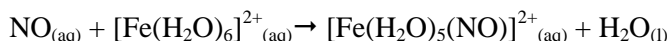
Garam besi(III) atau ferri diturunkan dari besi(III)oksida atau Fe_2O_3 dengan sifatnya yang lebih stabil dibandingkan garam besi(II). Besi(III)oksida atau hematit terdapat dalam deposit yang besar di bawah tanah. Besi yang berada dalam larutannya, terdapat kation-kation Fe^{3+} yang berwarna kuning muda, jika larutan mengandung klorida, warna menjadi semakin kuat. Zat-zat pereduksi mampu mengubah ion besi(III) menjadi besi(II) (Sugiyarto, 2010).

Besi murni reaktif dengan oksigen dan air. Permukaan besi segar nampak berkilau abu-abu keperakan, tetapi teroksidasi dalam udara normal menghasilkan besi(III)oksida hidrat, yang dikenal sebagai karat. Karat tidak sanggup melindungi karena zat ini hancur dan membiarkan permukaan logam menjadi rusak. Besi dengan asam bukan pengoksidasi tanpa udara, diperoleh Fe(II) . Besi dengan adanya udara atau digunakan HNO_3 encer panas menjadi Fe(III) . Penentuan kadar besi sangat penting untuk perlindungan lingkungan, hidrogeologi, proses kimia dan studi kesehatan masyarakat (Cotton, 2009).

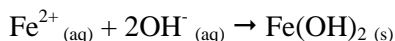
2.1.1 Tinjauan tentang Besi(II)

Densitas muatan besi(II) ($\sim 98 \text{ C mm}^{-3}$) sangat jauh berbeda dengan besi(III) ($\sim 232 \text{ C mm}^{-3}$). Semua garam besi(II)

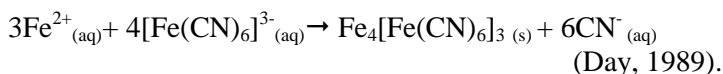
terhidrat mengandung ion $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$ yang berwarna pucat kehijauan, jika sebagian teroksidasi menjadi besi(III) warnanya menjadi kuning kecoklatan. Kehadiran nitrogen monoksida (NO) dapat menggantikan posisi salah satu molekul air dalam heksaaquobesi(II) menjadi ion pentana quonitro besi(II) berwarna coklat tua dan sering muncul sebagai cincin coklat.



Penambahan ion hidroksida pada larutan ion besi(II) awalnya menghasilkan endapan gelatin hijau besi(II) hidroksida, namun hadirnya oksidator menimbulkan perubahan warna menjadi kuning-coklat dari besi(III) oksida terhidrat

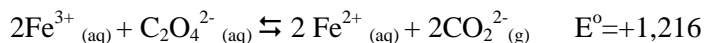


Ion besi(II) dapat dideteksi dengan ion heksasianoferat(II), $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ menghasilkan warna biru prusian.



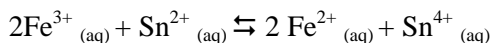
2.2 Agen-Agen Pereduksi

Larutan standar zat-zat pereduksi tidaklah begitu meluas pemakaiannya seperti larutan standar zat pengoksidasi, karena kebanyakan zat pereduksi dioksidasi perlahan-lahan oleh oksigen udara. Penelitian yang dilakukan oleh Hapsoro (2012) menggunakan zat pereduksi kalium oksalat untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} dengan reaksi sebagai berikut :



Penelitian ini menyebutkan bahwa kalium oksalat dapat mereduksi besi sebesar 72,77% dibandingkan dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang dapat mereduksi besi sebesar 77,95%.

Penelitian lainnya dilakukan oleh Fisiana (2012) yang menggunakan pereduksi timah (II) klorida dalam penentuan kadar besi dengan reaksi sebagai berikut :

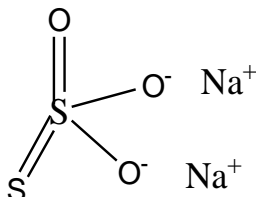


Timah (II) Klorida dapat mereduksi besi dengan baik sebesar 78,45% dibandingkan dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sebesar 78,23% namun perbedaannya tidak terlalu signifikan.

Peng, dkk (2015) melakukan penelitian penetapan kadar besi pada sampel makanan dan air dengan mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} menggunakan asam askorbat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) dan diperoleh %recovery yang bagus 95.4–103.2% pada sampel makanan dan 96.9–103.6% pada sampel air. Adapun pereduksi besi yang dapat digunakan pada penelitian adalah :

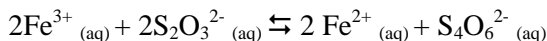
2.2.1 Natrium Thiosulfat

Natrium tiosulfat adalah satu-satunya pereduksi biasa yang dapat disimpan dalam waktu lama tanpa mengalami oksidasi udara. Reagensia ini digunakan secara eksklusif untuk titrasi iodometrik. Garam ini berbentuk kristal putih dan dibuat dari bentuk pentahidratnya, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dimana pada keadaan ini BE=BM (248,17) sehingga memudahkan dalam penimbangannya (Day, 1989).



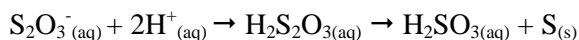
Gambar 2.2 Struktur Natrium Tiosulfat

Reaksi reduksi yang terjadi antara besi(III) dengan natrium tiosulfat adalah :



Untuk membuat larutan baku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ harus distandardisasi terhadap suatu standar primer sebelum digunakan karena ia mudah terpengaruh oleh pH rendah, sinar matahari dan terutama adanya bakteri yang memanfaatkan S. Pada pH rendah tiosulfat dapat berubah menjadi asam sulfit, namun kesalahan karena pengaruh pH ini sangat kecil karena reaksi pembentukannya sangat lambat. pH optimum larutan ini adalah 9-10, sedangkan adanya bakteri yang memakan belerang akhirnya masuk ke dalam larutan itu dan proses metabolisme akan mengakibatkan pembentukan SO_3^{2-} , SO_4^{2-} dan belerang koloidal. Belerang ini akan menyebabkan kekeruhan dan bila timbul kekeruhan larutan harus dibuang. Akibat pengaruh tersebut, larutan natrium tiosulfat ini tidak stabil dalam waktu lama. (Sugiarso, 1999). Untuk mencegah pengrusakan karena bakteri, larutan biasanya dipanaskan dulu dan ditambah HgI_2 , kloroform atau natrium benzoat. Cara lain biasanya air yang digunakan untuk menyiapkan larutan tiosulfat dididihkan agar steril, dan sering ditambahkan boraks atau natrium karbonat sebagai pengawet (Day, 1989).

Oksidasi tiosulfat oleh udara berlangsung lambat. Tetapi runtuhan tembaga yang kadang-kadang terdapat dalam air suling akan mengkatalis oksidasi oleh udara ini. Tiosulfat diuraikan dalam larutan asam dengan membentuk belerang sebagai endapan mirip susu. Reaksinya adalah sebagai berikut :

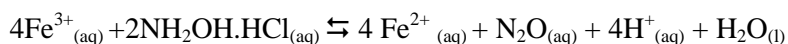


Kebanyakan tiosulfat yang pernah dibuat larut dalam air. Tiosulfat dari timbal, perak dan barium larut sedikit sekali. Banyak dari tiosulfat ini larut dalam larutan natrium-tiosulfat yang berlebihan membentuk garam kompleks (Day, 1989).

2.2.2 Hidroksilamin hidroklorida

Hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) adalah garam asam klorida dari hidroksilamin. $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ merupakan bahan

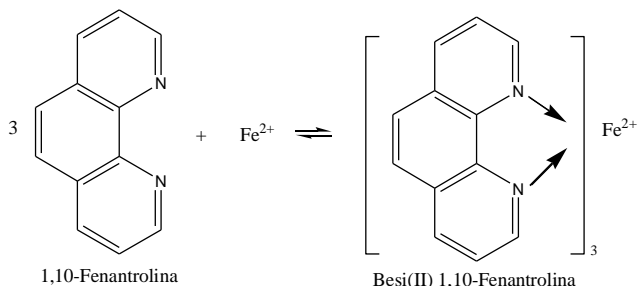
kristalin dengan titik leleh sebesar 151°C, larut dalam gliserol dan propilen glikol. Namun, untuk menggunakan hidroksilamin hidroklorida memiliki beberapa kelemahan yaitu harus diberi perlakuan khusus dengan cara dibuat segar dan dipanaskan sebelum dikomplekan. Selain itu dibutuhkan konsentrasi yang besar untuk mereduksi besi (Rahayu, 2007). Reaksi reduksi yang terjadi antara besi(III) dengan natrium tiosulfat adalah :



Dalam bidang perawatan permukaan, hidroksilamin hidroklorida digunakan sebagai inhibitor korosi, dan aditif. Hidroksilamin hidroklorida juga merupakan bahan awal untuk antioksidan, obat-obatan dan bahan kimia pertanian manufaktur, serta digunakan dalam industri karet dan plastik. Hidroksilamin hidroklorida juga digunakan sebagai fiksatif untuk pewarna tekstil, pembantu di beberapa proses pencelupan, sebagai bantuan ekstraksi logam dan flotasi, sebagai antioksidan asam lemak dan sabun, dan sebagai stabilizer warna dan emulsi aditif dalam film warna (Rahayu, 2007).

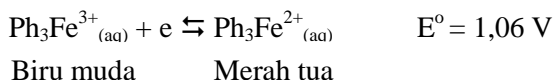
2.3 Reagensia o-fenantrolina

Reagensia ini adalah larutan 0,1% o-fenantrolina dalam air yang termasuk golongan senyawa organik yang dikenal sebagai 1,10-fenantrolin atau ortofenantrolin dan dapat membentuk senyawa kompleks yang mantap dengan ion besi (II) dan beberapa ion lainnya. Indikator ini dibuat dengan mencampurkan besi(II)sulfat dan senyawa organik 1,10-fenantrolina dalam kuantitas yang ekuivalen. Garam kompleks ion besi(II) dengan 1,10-fenantrolin ini disebut ferroin, sedangkan garam kompleks ion besi(III) dengan 1,10-fenantrolin disebut ferrin. Senyawa 1,10-fenantrolina yang tersubstitusi membentuk kompleks dengan ion besi(II) dan besi(III) bertindak sebagai indikator-indikator redoks, dimana potensial redoksnya berbeda dari sistem ferroin-ferrin (Day, 1989).



Gambar 2.3 Reaksi Fe^{2+} dengan orto-fenantrolina

Senyawa orto-fenantrolina mempunyai 2 buah atom nitrogen yang terletak sedemikian rupa dalam molekulnya sehingga kedua atom nitrogen itu dapat membentuk ikatan kovalen dengan ion besi(II). Tiga molekul organik semacam itu mengikatkan diri ke ion logam untuk membentuk ion logam untuk membentuk ion kompleks merah darah. Ion besi (II) dapat dioksidasi menjadi besi(III), dan ion ini juga membentuk kompleks dengan 3 molekul 1,10-fenantrolina. Warna kompleks besi(III) adalah biru muda, dan karena itu perubahan warna yang tajam terjadi bila besi(II) dioksidasi menjadi besi(III) dengan hadirnya 1,10-fenantrolina.

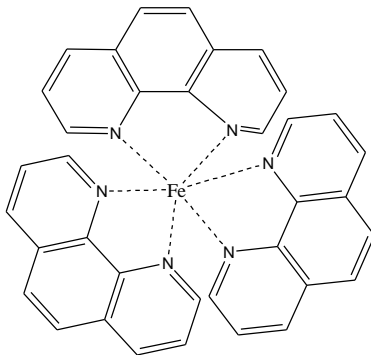


Pewarnaan merah, yang disebabkan oleh kation kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{18}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dalam larutan yang sedikit asam. Konstanta kestabilan kompleks $1,955 \times 10^{21}$ menjadikan kompleks warna merah stabil dalam jangka waktu yang cukup lama yakni sampai 6 bulan. (Svehla, 1985). Bentuk teroksidasinya berwarna biru muda tetapi dalam pemeriksaan kimia yang sesungguhnya perubahan warna yang menyertai reaksi reduksinya sebenarnya dari hampir tak berwarna menjadi berwarna merah. Adanya perbedaan warna ini, titik akhir titrasi biasanya diambil sekitar 10% indikator ini berada dalam bentuk tereduksi. Potensial peralihan warnanya sekitar +1,11 V dalam larutan H_2SO_4 1 M.

Dari semua indikator redoks yang ada, ferroin memenuhi hampir semua persyaratan sebagai indikator redoks yang baik karena menghasilkan perubahan warna yang tajam, larutannya mudah dibuat dan cukup tahan lama dalam penyimpanan. Berlawanan dengan beberapa indikator lainnya, bentuk teroksidasi dari ferroin sangat tahan terhadap zat pengoksidasi kuat. Reaksi indikator ini berlangsung cepat dan berbolak-balik. Namun ferroin dapat terurai pada suhu diatas 60 derajat (Rivai, 1995).

2.3.1 Senyawa Kompleks Fe(II)-o-fenantrolin

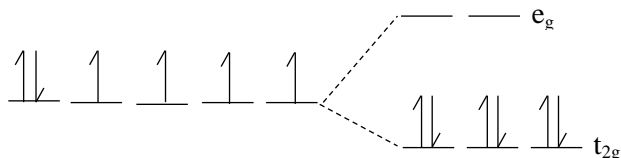
1,10-fenantrolin atau ortofenantrolin dapat membentuk senyawa kompleks yang mantap dengan ion Fe^{2+} . Senyawa induknya memiliki sepasang atom nitrogen yang dapat berikatan kovalen dengan ion Fe^{2+} . Tiga molekul ortofenantrolin dapat bersenyawa dengan satu ion Fe^{2+} sehingga terbentuk senyawa kompleks dengan struktur yang dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$

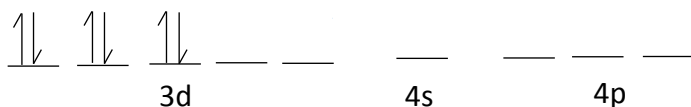
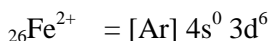
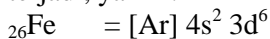
Ion Fe^{2+} bertindak sebagai ion pusat yang memiliki konfigurasi terakhir $3d^6$. Orto-fenantrolin tergolong ligan medan kuat yang dapat membentuk ikatan kovalen koordinasi dengan ion pusat Fe^{2+} menghasilkan senyawa kompleks ferroin. Ion Fe^{2+} berikatan dengan ligan medan kuat menghasilkan spin elektron

dalam orbital molekul menjadi berpasangan. Hal tersebut akibat dari energi stabilisasi medan kristal yang lebih besar daripada energi yang dimiliki ligan medan kuat tersebut (Fajriati, 2006).



Gambar 2.5 Pemisahan elektronik orbital d^6 akibat ligan medan kuat

Pemisahan spin di atas berpengaruh terhadap hibridisasi pada pembentukan senyawa kompleks. Konfigurasi elektron yang terjadi, yakni :



Keterangan

●● : merupakan pasangan elektron bebas dari ligan *o-Phen*

$\uparrow\downarrow$: merupakan pasangan elektron dari ion Fe^{2+}

Gambar 2.6 Hibridisasi Senyawa Kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$
(Sukardjo, 1985)

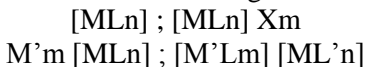
Dari konfigurasi elektron di atas, dapat disimpulkan bahwa hibridisasi kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ adalah d^2sp^3 yang bentuk geometrinya adalah oktahedral. Kompleks Fe(II)-orto-fenantrolin dan Fe(III)-orto-fenantrolin memiliki nilai absorpsi yang identik pada 396 nm. Oleh karena itu, pengukuran serapan pada 396 nm akan didapatkan kadar besi total. Ligan fenantrolin ini termasuk dalam golongan ligan yang cukup kuat. Telah ditemukan melalui studi eksperimen mengenai spektra sejumlah besar kompleks yang mengandung berbagai ion logam dan berbagai ligan, bahwa ligan-ligan dapat ditata dalam deret menurut kapasitasnya untuk menyebabkan pemisahan orbital d. Deret tersebut bagi ligan-ligan yang umum, adalah $\text{I}^- < \text{Br}^- < \text{Cl}^- < \text{F}^- < \text{OH}^- < \text{C}_2\text{O}_4^{2-} < \text{H}_2\text{O} < \text{NCS}^- < \text{py} < \text{NH}_3 < \text{en} < \text{bipy} < \text{o-phen} < \text{NO}_2^- < \text{CN}^-$ (Oxtoby, 2003).

Deret tersebut dinamakan Deret spektrokimia (*spectrochemical series*) yakni urutan yang dihasilkan untuk sejumlah ligan dari yang terlemah sampai yang terkuat. Pengukuran sifat magnetik dan spektrum absorpsi dari kompleks logam transisi dapat memberi peringkat ligan dari yang paling lemah berinteraksi dengan ion logam (dengan demikian memberikan pembelahan medan kristal terkecil) sampai yang berinteraksi paling kuat dan memberikan pembelahan paling besar (Oxtoby, 2003).

2.4 Senyawa Kompleks

Senyawa kompleks adalah senyawa yang terbentuk karena penggabungan dua atau lebih senyawa sederhana yang masing-masing dapat berdiri sendiri. Pada senyawa kompleks terdapat atom yang berperan sebagai atom atau ion pusat dan gugus pengeliling yang dapat berupa molekul netral atau ion bermuatan. Gugus pengeliling ini disebut ligan, yang jumlahnya tertentu untuk setiap jenis senyawa kompleks (Rivai, 1995). Jika total muatan ion pusat dan ligannya tidak netral (tidak nol) maka spesies ini merupakan ion kompleks, dan sisa ion lain yang berlawanan muatan ditulis secara terpisah, tentu saja muatan ion

kompleks harus sama dengan muatan ion sisanya yang ditulis secara terpisah tersebut untuk memenuhi hukum kenetralan listrik. Secara umum senyawa kompleks dapat dituliskan dengan 4 formula sebagai kompleks netral, kompleks kation, kompleks anion dan kompleks kation-anion sebagai berikut :



M dan M' adalah (umumnya) logam transisi, L dan L' =ligan (dapat lebih dari satu macam), X=anion, dan m dan n =bilangan bulat (Sugiyarto, 2012).

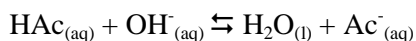
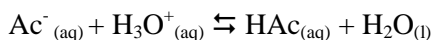
Setiap ligan, tepatnya atom donor dalam ligan memiliki paling tidak sepasang elektron non ikatan atau lebih sering dengan istilah sepasang elektron menyendiri (*lone pair electron*) yang tentu saja terdapat di kulit terluar. Pasangan electron ini dapat disumbangkan kepada atom lain (atom pusat) tetapi kemudian dimiliki secara bersama-sama dan dengan demikian sifat ikatannya adalah ikatan kovalen koordinat atau koordinasi. Bilangan koordinasi ditentukan oleh ukuran atom pusat, jumlah elektron dan efek sterik ligan. Kompleks memiliki bilangan koordinasi antara 2 dan 9. Khususnya kompleks bilangan koordinasi 4 sampai 6 adalah yang paling stabil secara elektronik dan secara geometri dan kompleks dengan bilangan koordinasi 4-6 yang paling banyak dijumpai (Saito, 1996). Ligan bertindak sebagai donor pasangan elektron (basa lewis) dan atom pusat bersifat penerima pasangan elektron (asam lewis) (Sugiyarto, 2012).

2.5 Larutan Buffer

Sebelum melakukan analisa secara kualitatif maupun kuantitatif dari segala metode percobaan kimia, seringkali dijumpai adanya penyesuaian konsentrasi ion hidrogen sampai pada nilai tertentu. Apabila diperlukan suasana asam (pH 0-2) maupun suasana basa (pH 12-14) maka yang dilakukan adalah menambahkan asam maupun basa kuat sesuai yang dibutuhkan. Kemudian selama berlangsungnya analisa, konsentrasi sampel

harus dijaga agar nilainya tetap selama berjalannya reaksi. Jika pH larutan harus dipertahankan antara pH 2-12 maka penambahan asam maupun basa tidak lagi diperlukan. Yang diperlukan adalah penambahan larutan penyangga (larutan buffer) (Oxtoby, 2001). Larutan penyangga adalah suatu larutan yang mampu mempertahankan pH sehingga reaksi tidak terhambat, dan tidak mempengaruhi produk yang dihasilkan. Larutan penyangga ini terdiri dari campuran basa lemah dan garamnya atau asam lemah dan garamnya (Skoog, 2002)

Pengaruh penambahan asam pada larutan buffer dapat dijelaskan dalam pembentukan asam asetat :



Sedangkan pada penambahan basa, ion OH^- selalu diikat, maka dari itu pH larutan tetap (Sukardjo, 1985).

2.6 Tinjauan tentang Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri adalah metode yang mempelajari tentang teknik pengukuran interaksi materi dengan energi atau sinar. Sedangkan spektrofotometri UV-Vis adalah teknik analisis yang radiasinya berasal dari radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat dan sinar tampak. Rentang panjang gelombang ultraviolet dekat sekitar 190-380 nm dan rentang panjang gelombang sinar tampak sekitar 380-780 nm. Instrumennya disebut spektrofotometer yakni suatu alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu, sedangkan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi (Skoog, 2002). Salah satu hal yang perlu diperhatikan dalam penggunaan analisa spektrofotometri UV-Vis adalah pemilihan pelarut. Pelarut yang digunakan tidak hanya harus melarutkan suatu sampel tetapi juga tidak boleh menyerap cukup

banyak absorbansi, tidak terjadi interaksi dengan senyawa yang akan dianalisa, dan kemurniannya harus tinggi (Day, 1989).

Analisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis berhubungan dengan istilah absorban (A) tanpa satuan dan transmittan dengan satuan persen (%T). Lambert, Beer, dan Bouguer membuat hubungan antara absorban atau transmittan terhadap konsentrasi zat yang dianalisis sebagai berikut :

$$T = \frac{I_t}{I_o} = 10^{-\varepsilon \cdot b \cdot c} \quad (2.1)$$

$$A = \log \frac{1}{T} = \varepsilon \cdot b \cdot c \quad (2.2)$$

Keterangan :

- T = Transmittan
- I_o = Intensitas sinar datang
- I_t = Intensitas sinar yang diteruskan
- ε = Tetapan absorbtivitas molar ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$)
- c = Konsentrasi ($mol \cdot L^{-1}$)
- b = Tebal kuvet (cm)
- A = Absorban

(Skoog, 2002)

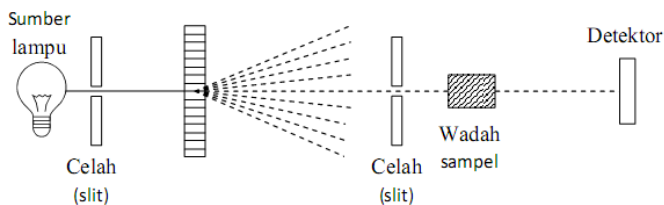
Prinsip kerja dari spektrofotometer UV-Vis adalah dengan menyerap cahaya atau energi radiasi dari suatu senyawa, dimana terdapat ketentuan bahwa senyawa yang diukur harus dalam bentuk larutan dan berwarna. Cahaya dari spektrofotometer yang bersifat polikromatis diteruskan melalui lensa menuju monokromator, yang berfungsi sebagai penyeleksi panjang gelombang dan mengubah cahaya polikromatis menjadi monokromatis. Berkas cahaya monokromatis lalu dilewatkan pada sampel dengan konsentrasi tertentu menyebabkan terjadinya eksitasi elektron $n-\pi^*$ atau $\pi-\pi^*$. Setelah itu elektron mengalami relaksasi dengan memancarkan energi lalu ditangkap dan diterjemahkan oleh detektor (Day, 1989). Adanya amplifier berfungsi untuk mengubah cahaya yang diterima menjadi sinyal listrik dan ditampilkan dalam bentuk persen transmittan atau

absorbansi. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung pada sampel (Khopkar, 1990). Tabel 2.1 adalah daftar warna yang diserap beserta komplementernya.

Tabel 2.1 Warna komplementer pada spektrum sinar tampak

λ / nm	Frekuensi/cm ⁻¹	Warna yang diserap	Warna komplementer
< 200	>50000	Ultraviolet jauh	Tidak berwarna
300	33333	Ultraviolet dekat	Tidak berwarna
420	23810	Violet	Kuning lemon
430	23256	Indigo	Kuning
470	21277	Biru	Oranye
500	20000	Hijau – biru	Merah
530	18868	Hijau	Lembayung
560	17587	Kuning lemon	Violet
580	17241	Kuning	Indigo
620	16100	Oranye	Biru
700	14286	Merah	Hijau – biru
>1000	10000	Inframerah	Tidak berwarna

(Effendy, 2007)



Gambar 2.7 Diagram Skematis Spektrofotometer UV-Vis

Komponen-komponen pada spektrofotometer UV-Vis meliputi :

- Sumber energi radiasi yang stabil
- Monokromator untuk mendapatkan sumber sinar yang monokromatis.
- Sel absorpsi, biasanya dikenal dengan kuvet yaitu tempat untuk meletakkan sampel dan blanko yang akan diuji
- Detektor untuk memberikan respon pada cahaya di berbagai panjang gelombang (Day, 1989).

2.7 Validasi Metode

Validasi metode merupakan salah satu metode yang cukup penting dalam suatu analisis, karena dapat membuktikan kehandalan suatu metode dari prosedur yang digunakan. Validasi metode terdiri dari akurasi, presisi, selektifitas dan spesifitas, batas deteksi dan batas kuantifikasi, serta linearitas.

2.7.1 Akurasi

Penentuan akurasi suatu metode analisis kuantitatif dilakukan dengan menganalisis sampel sintetis, yaitu sampel yang diketahui komposisinya atau menggunakan sampel yang sudah ditentukan dengan metode lain sebagai perbandingan. Akurasi menunjukkan derajat kedekatan hasil dan umumnya dinyatakan dengan % *recovery*.

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{massa yang diperoleh kembali}}{\text{massa yang ditambahkan}} \times 100\% \quad (2.3)$$

Prosen recovery dapat pula dinyatakan sebagai berikut

$$\% \text{ recovery} = \frac{C_{x+s} - C_x}{C_s} \times 100\% \quad (2.4)$$

Keterangan :

C_{x+s} = konsentrasi logam dalam cuplikan dan larutan standar

C_x = konsentrasi logam yang ditentukan dalam cuplikan

C_s = konsentrasi larutan standar logam yang ditambahkan pada cuplikan

Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi tingkat akurasi yang baik, antara lain peralatan yang dikalibrasi, pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pengontrolan yang cermat sesuai prosedur (Andarwulan dkk., 2011).

2.7.2 Presisi

Ketepatan atau *precision* dari suatu metode analitik adalah derajat seberapa jauh keberulangan analisis memberikan data yang sama. Jika hasil analisis beberapa pengulangan memberikan hasil yang mirip maka dikatakan analisis memiliki ketepatan yang baik. Dari sisi statistik disebut dengan penyimpangan (error) apabila terdapat variasi hasil analisis, sehingga istilah presisi, error, dan variasi memiliki arti yang mirip (Andarwulan dkk., 2011).

Cara yang paling baik dan umum digunakan dalam menentukan ketepatan suatu data analisis adalah dengan standar deviasi (SD), *Relative Standard Deviation* (RSD dan *Coefficient of Variation* (CV). Berikut ini adalah persamaan dari masing-masing presisi :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.5)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 1000\text{ppt} \quad (2.6)$$

$$CV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2.7)$$

Keterangan :

x_i = hasil perhitungan masing-masing

\bar{x} = hasil perhitungan rata-rata

n = jumlah pengulangan

Metode analitik dapat dikatakan mempunyai presisi yang bagus apabila mempunyai harga $CV < 5\%$ untuk selang kepercayaan 95% dan $<1\%$ untuk selang kepercayaan 99% (Atmajadiningrum, 2014).

2.7.3 Selektifitas dan Spesifitas

Kepekaan atau *sensitivity* dari suatu metode adalah rasio antara besaran respon instrumental dengan jumlah dari senyawa tersebut. Kepekaan diukur dan dinyatakan sebagai perbedaan komposisi terukur yang paling kecil diantara dua sampel. Kepekaan dapat ditingkatkan dengan meningkatkan respon per satuan senyawa yang dianalisis serta dengan memperbaiki kemampuan deteksi instrumen atau operatornya (Andarwulan dkk., 2011).

Kekhasan atau lebih dikenal dengan istilah *specifity* dari suatu metode analisis adalah kemampuan metode tersebut untuk hanya mendeteksi komponen yang diinginkan. Kekhasan metode analisis dipengaruhi oleh adanya senyawa pengganggu yang menghasilkan pengukuran sejenis seperti pada sampel yang dianalisis. Semakin khas suatu metode analisis, semakin baik metode tersebut karena semakin berkurang gangguan dari senyawa lain yang dapat mengacaukan data (Andarwulan dkk., 2011).

2.7.4 Batas Deteksi (*Limit of Detetion*, LOD) dan Batas Kuantifikasi (*Limit of Quantification*, LOQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan

dibandingkan dengan blangko. Batas kuantifikasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Rahayu, 2007).

Penentuan batas deteksi suatu metode berbeda-beda tergantung pada metode analisis itu menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat. Pada analisis instrumen batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blangko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blangko dan formula di bawah ini dapat digunakan untuk perhitungan

$$Q = \frac{(k \times S_b)}{S_l} \quad (2.8)$$

- Q = LOD (batas deteksi) atau LOQ (batas kuantitasi)
 k = 3 untuk batas deteksi atau 10 untuk batas kuantitasi
 S_b = simpangan baku respon analitik dari blangko
 S_l = arah garis linear (kepekaan arah) dari kurva antara respon terhadap konsentrasi atau slope (a pada persamaan garis $y = ax+b$)

(Miller, 1991)

2.7.5 Linearitas

Linieritas metode analisis menunjukkan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil uji, yang baik langsung maupun dengan definisi transformasi matematis yang baik, proporsional dengan konsentrasi analit dalam sampel pada range tertentu (Skoog, 2002). Dalam penentuan linieritas, sebaiknya menggunakan minimum lima konsentrasi. Rentang penerimaan linieritas tergantung dari tujuan pengujian. Pada kondisi yang umum, nilai koefisien regresi (r^2) $\geq 0,99$ (Dewi, 2012).

Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $y = ax+b$ dimana :

a = slope atau kemiringan kurva standar

b = Intersep atau perpotongan terhadap sumbu y (Dewi, 2012).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beker, erlenmeyer, gelas ukur, labu ukur, neraca analitik Ohaus EX224 ketelitian 0,1mg, pipet tetes, pipet volume, pipet ukur, propipet, corong, kaca arloji, spatula, pH meter digital, *hotplate*, botol semprot, kuvet, dan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10S.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara besi(III) klorida heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) *Reagent Grade EMSURE Merck*, 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) *Reagent Grade EMSURE Merck*, natrium asetat (CH_3COONa) *Reagent Grade Riedel de Haen*, asam asetat glasial (CH_3COOH) *Reagent Grade EMSURE Merck*, natrium tiosulfat pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) *Reagent Grade SCS GmbH Am. Burgweiher*, hidroksilamin hidroklorida $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ *Reagent Grade EMSURE Merck*, aseton *Reagent Grade EMSURE Merck* dan aqua DM.

3.2 Prosedur Kerja

3.2.1 Pembuatan Larutan Standar Fe(III) 100 ppm

Senyawa besi (III) klorida ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 0,0483 gram. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM secukupnya, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Perhitungan pembuatan larutan standar Fe(III) dapat dilihat pada lampiran C.1.

3.2.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Senyawa natrium tiosulfat pentahidrat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ditimbang sebanyak 0,0157 gram. Senyawa tersebut dilarutkan dengan aqua DM secukupnya, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas. Perhitungan

pembuatan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dapat dilihat pada lampiran C.2.

3.2.3 Pembuatan Larutan ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) 100 ppm

Senyawa hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) ditimbang sebanyak 0,0100 g, lalu dilarutkan dengan aqua DM sampai volume 100 mL sehingga didapatkan larutan kerja ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$) 100 ppm. Perhitungan pembuatan larutan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100 ppm dapat dilihat pada lampiran C.3.

3.2.4 Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Padatan 1,10-fenantrolin ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$) ditimbang sebanyak 0,1 gram lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 50 mL aqua DM. Campuran tersebut dipanaskan di atas *hotplate* dengan suhu 60°C sambil diaduk hingga padatan tersebut larut seluruhnya. Kemudian, larutan 1,10-fenantrolin didiamkan hingga dingin dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Setelah itu, larutan tersebut diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Perhitungan pembuatan larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dapat dilihat pada lampiran C.4.

3.2.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dengan cara ditimbang padatan natrium asetat (CH_3COONa) sebanyak 3,8554 gram lalu padatan tersebut dimasukkan ke dalam gelas beker dan ditambahkan sedikit aqua DM hingga larut. Larutan buffer asetat pH 4,5 dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan 5 mL asam asetat dan diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas. Selanjutnya larutan buffer asetat divariasi pH-nya yaitu : 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; 6,0. pH larutan diukur menggunakan pH meter digital. Perhitungan pembuatan larutan buffer asetat dapat dilihat pada lampiran C.5.

3.2.6 Pembuatan Larutan Blanko Panjang Gelombang Maksimum

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm diambil sebanyak 1,1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1,5 mL 1,10-Fenantrolin 1000 ppm, 1,5 mL buffer asetat pH 4,5 dan 5 mL aseton. Selanjutnya ditambahkan aqua DM hingga tanda batas.

3.2.7 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Sebanyak 0,5 mL larutan standar Fe(III) 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan 1,1 mL larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm, 1,5 mL larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dan 1,5 mL buffer asetat pH 4,5. Setelah itu, ke dalam campuran ditambahkan aseton sebanyak 5 mL dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 450 – 600 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali dengan larutan blanko sebagai pembanding. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva untuk menentukan besarnya panjang gelombang maksimum yaitu antara absorbansi (A) terhadap panjang gelombang (λ) yang diperoleh.

3.2.8 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100ppm dan 1,5mL larutan buffer asetat dengan variasi pH 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; dan 6,0. Ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000ppm, 5 mL aseton dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara

absorbansi dengan pH buffer asetat, sehingga dari kurva tersebut diperoleh pH optimum dari buffer asetat.

3.2.9 Penentuan Waktu Optimum Pereduksi

Larutan standar Fe(III) 100 ppm diambil sebanyak 0,5 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambah 1,1 mL larutan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100ppm, 1,5mL larutan buffer asetat dengan variasi pH 4,5. Ditambahkan 1,5 mL larutan fenantrolin 1000ppm, 5 mL aseton dan diencerkan menggunakan aqua DM hingga tanda batas. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 0; 15; 30; 45; 60 dan 75 menit dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan waktu pendiaman kompleks, sehingga dari kurva tersebut diperoleh waktu optimum dari pereduksi.

3.2.10 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Larutan standard Fe(III) 100 ppm sebanyak 0,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, ditambahkan larutan kerja $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm sebanyak 0,8; 0,9; 10; 11; dan 12 mL sebagai pereduksi, 1,5 mL larutan buffer asetat pH optimum, 1,5 mL larutan fenantrolin 1000 ppm dan 5 mL aseton, kemudian ditambah dengan aqua DM hingga volume mencapai 10 mL. Campuran tersebut dikocok dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum sebanyak tiga kali. Data absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk pembuatan kurva antara absorbansi dengan konsentrasi pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$, sehingga dari kurva tersebut diperoleh konsentrasi optimum untuk reduktor $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

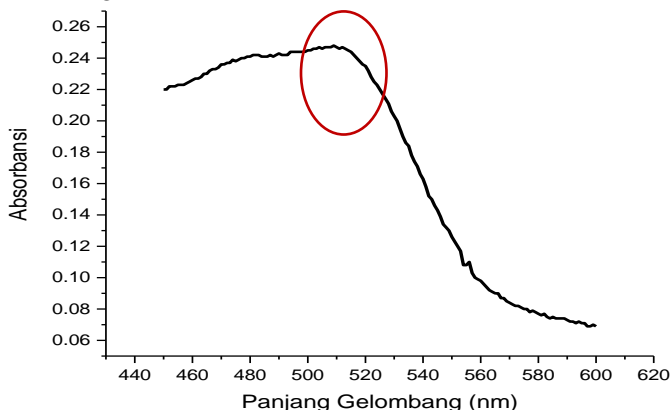
4.1 Panjang Gelombang Maksimum Besi

Penentuan panjang gelombang maksimum merupakan langkah penting yang harus dilakukan dalam analisa menggunakan spektrofotometri UV-Vis. Tujuannya karena pada panjang gelombang maksimum terjadi perubahan absorbansi yang paling besar untuk setiap satuan konsentrasi sehingga memiliki kepekaan maksimum, yang jika dilakukan pengukuran berulang dapat meminimalisir kesalahan akibat pengulangan pengukuran. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada cuplikan yang mengandung 5 ppm Fe kemudian direduksi dengan 11 ppm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ ditambah dengan pelarut.

Panjang gelombang maksimum ditunjukkan oleh panjang gelombang dengan absorbansi paling tinggi. Blanko yang digunakan adalah semua pereaksi kecuali zat yang akan ditentukan (besi) antara lain : 1,1 ml larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm, 1,5 ml larutan orto fenantrolin 1000 ppm, 1,5 ml larutan buffer asetat pH 4,5, serta 5 ml aseton yang kemudian diencerkan dengan aqua DM dalam labu ukur 10 ml. Blanko berfungsi sebagai larutan pembanding untuk membuat titik nol konsentrasi pada pengukuran absorbansi kompleks Fe(II)-Fenantrolin. Pengukuran diulang sebanyak tiga kali agar data yang dihasilkan lebih akurat.

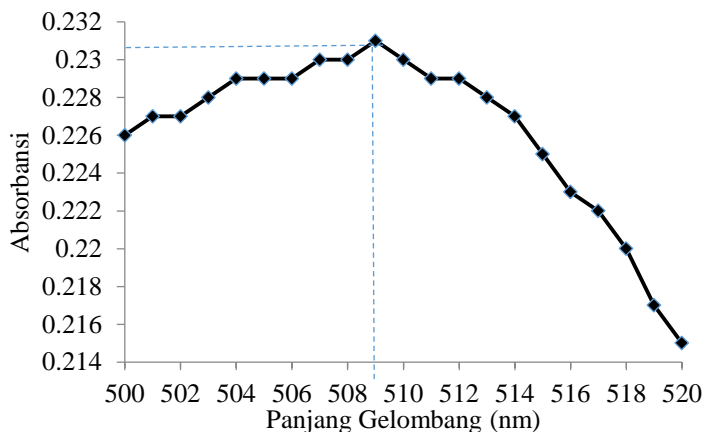
Panjang gelombang maksimum dari kompleks Fe(II)-Fenantrolin dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ditentukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis GENESYS tipe 10S. Pengukuran dilakukan pada rentang panjang gelombang Ultraungu-Tampak, yaitu 380-760 nm. Kompleks Fe(II)-Fenantrolin membentuk warna merah jingga, maka pada daerah UV-Vis warna komplementer merah jingga terbaca pada rentang panjang gelombang 500-600 nm. Gambar 4.1 adalah kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks

$[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada rentang 450-600 nm dengan interval 5 nm.

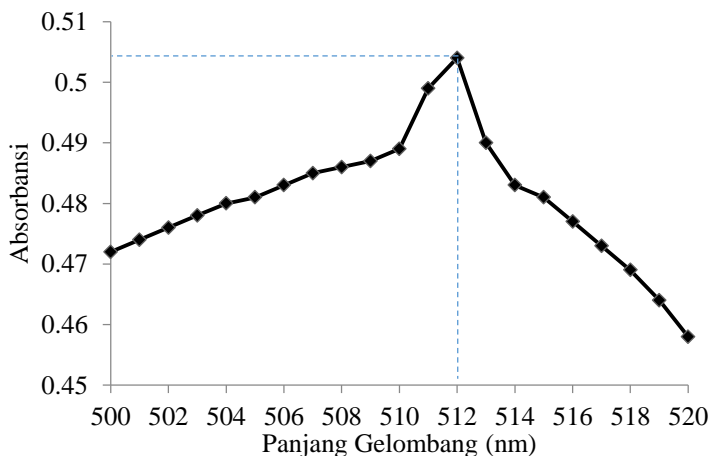


Gambar 4.1 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada Rentang 450-600 nm dengan Interval 5 nm.

Pada Gambar 4.1 absorbansi maksimum berada pada rentang 500-520 nm, namun belum begitu terlihat puncaknya. Sehingga dilakukan pengukuran pada panjang gelombang yang lebih sempit, pada rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm agar data panjang gelombang maksimum yang diperoleh lebih terlihat. Gambar 4.2 adalah kurva hasil penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm. Gambar 4.3 Panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ juga dilakukan dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm.



Gambar 4.2 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada Rentang 500-520 nm dengan Interval 1 nm.



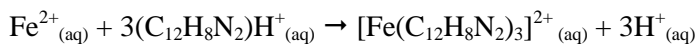
Gambar 4.3 Kurva Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada Rentang 500-520 nm dengan interval 1 nm.

Pada Gambar 4.2 ditunjukkan bahwa absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang 509 nm dengan absorbansi 0,231, sedangkan pada Gambar 4.3 ditunjukkan bahwa absorbansi maksimum terdapat pada panjang gelombang 512 nm dengan absorbansi 0,504. Kedua panjang gelombang ini dianggap sama dan tidak memiliki pengaruh signifikan pada pengukuran karena perbedaan yang sangat kecil. Pengukuran selanjutnya dilakukan pada panjang gelombang 512 nm.

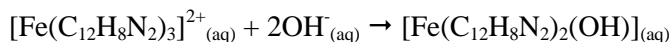
4.2 Penentuan pH Optimum Buffer Asetat

Warna merah jingga larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{fenantrolin})_3]^{2+}$ stabil dalam kondisi asam maupun basa yakni pada rentang pH 2-9. Namun untuk penelitian ini dikerjakan dalam keadaan asam dengan menggunakan larutan buffer asetat sebagai buffer asam untuk menjaga kestabilan yang terbentuk. Buffer asam dipilih dengan alasan karena buffer basa terdapat ion OH^- . Ion OH^- termasuk salah satu ligan yang dapat berkompetisi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dalam pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Ligan 1,10-Fenantrolin sifatnya lebih kuat dibandingkan dengan ligan OH^- namun ligan OH^- dapat mendesak dan menggantikan satu molekul ligan 1,10-Fenantrolin dan membentuk senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_2(\text{OH})_2]$ yang menunjukkan warna larutan kuning kecoklatan.

Ligan 1,10-fenantrolin merupakan basa lemah yang bereaksi untuk membentuk ion phen H^+ dalam suasana asam. Reaksi yang terbentuk sebagai berikut:

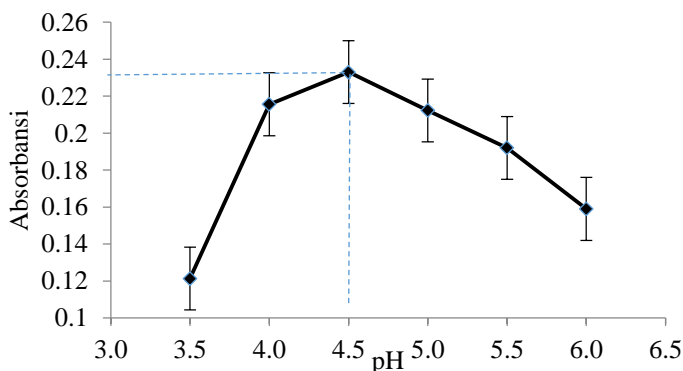


Sedangkan dalam kondisi basa yang berlebih, reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :

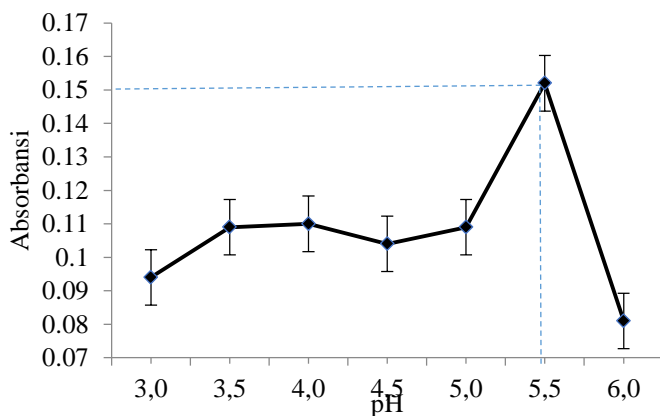


Penentuan pH optimum dilakukan untuk mendapatkan pH yang paling baik dalam menjaga kestabilan kompleks

$[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Variasi buffer asetat dilakukan mulai dari 3,5; 4,0; 4,5; 5,0; 5,5; dan 6,0 untuk mengetahui pengaruhnya terhadap absorbansi dari larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang diukur pada λ maksimum 512 nm. Gambar 4.4 merupakan kurva hasil pengukuran pH optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ suasana asam dan Gambar 4.5 merupakan kurva hasil pengukuran pH optimum $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ suasana asam.



Gambar 4.4 Kurva pH optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ suasana asam



Gambar 4.5 Kurva pH optimum $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ suasana asam

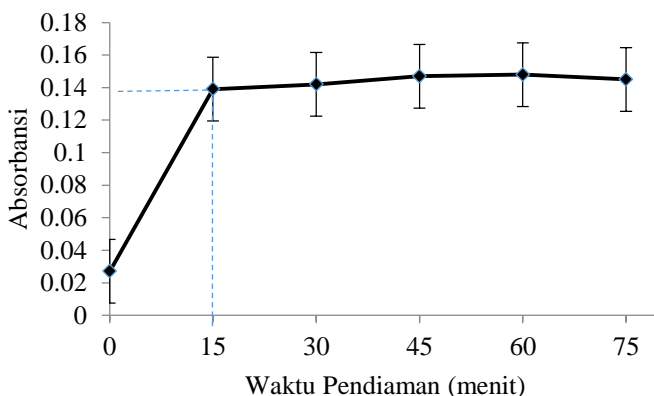
Nilai pH yang optimum ditunjukkan dengan adanya puncak tertinggi dan absorbansi yang paling tinggi. Terlihat pada Gambar 4.4 dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pH optimum dicapai saat pH 4,5 dengan absorbansi 0,233 dan nilai $\text{SD} = 2,517 \times 10^{-3}$, sedangkan pada Gambar 4.5 dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pH optimum dicapai saat pH 5,5 dengan absorbansi 0,152 dan nilai $\text{SD} = 2,0 \times 10^{-3}$. Dibawah pH tersebut, absorbansi kurang optimum karena adanya pengaruh H^+ dalam larutan buffer sehingga kompleks yang terbentuk tidak stabil, dengan kata lain belum semua Fe^{2+} bereaksi dengan ligan 1,10-Fenantrolin dimana yang terbentuk adalah ion $3\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}^+$. Sedangkan diatas pH optimum terjadi penurunan absorbansi akibat berkurangnya ion H^+ sehingga kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk hanya sedikit kompleks ditandai dengan warna merah jingga larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk sedikit pudar.

Selanjutnya dilakukan perhitungan *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV) untuk mengetahui tingkat kepresisian metode optimasi pH buffer asetat sebagaimana yang terlampir pada lampiran F. Diperoleh nilai RSD dan CV untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ berturut-turut 17,867 dan 1,787 %. Sedangkan nilai RSD dan CV untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ berturut-turut 13,158 dan 1,316%. Berdasarkan dengan batas nilai yang dapat diterima, yakni nilai $\text{RSD} < 20$ ppt dan $\text{CV} < 2\%$ maka untuk metode optimasi pH buffer asetat untuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ cukup baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

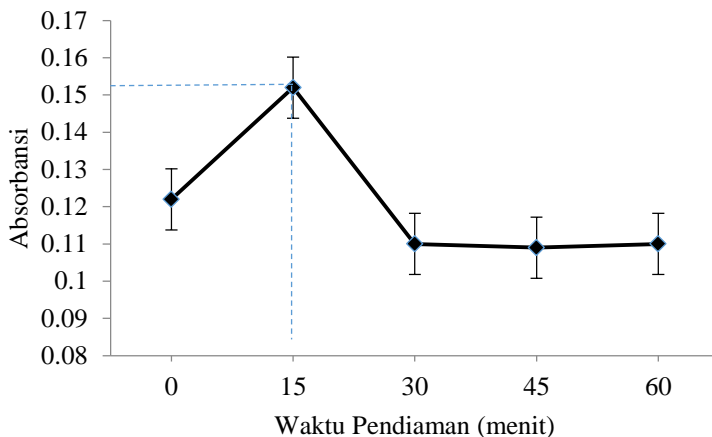
4.3 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks

Salah satu faktor yang mempengaruhi reaksi pembentukan kompleks yang stabil adalah waktu pendiaman. Larutan induk besi(III) direduksi menggunakan agen pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ kemudian dikomplekkan dengan 1,10-fenantrolin sehingga membentuk larutan berwarna yang stabil.

Pembentukan kompleks yang sempurna memerlukan waktu pendiaman agar semua ion Fe^{2+} dapat berikatan dengan ligan 1,10-fenantrolin. Untuk mengetahui tingkat kesempurnaan kompleks Fe^{2+} dengan 1,10-fenantrolin, maka perlu dicari waktu idealnya. Pengaruh lama waktu pendiaman larutan ditentukan dengan melakukan variasi waktu dari 0 menit hingga 60 menit dengan rentang 15 menit. Penentuan waktu optimum untuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dilakukan pada keadaan pH optimum 4,5, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ pada pH optimum 5,5. Pengukuran dilakukan pada λ maksimum 512 nm. Data yang diperoleh berupa nilai absorbansi kemudian di plot terhadap waktu (menit) membentuk kurva pada Gambar 4.6 merupakan kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, sedangkan Gambar 4.7 merupakan kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.



Gambar 4.6 Kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Gambar 4.7 Kurva waktu optimum pembentukan senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.

Pada Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 terlihat bahwa pengukuran secara langsung tidak efektif karena menghasilkan absorbansi yang cukup rendah. Pendiaman larutan selama 15 menit merupakan keadaan yang optimum ditandai dengan menghasilkan puncak tertinggi pada kurva untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan absorbansi 0,148 dan nilai $\text{SD} = 1,732 \times 10^{-3}$, sedangkan $\text{H}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dengan absorbansi 0,152 dan nilai $\text{SD} = 2,646 \times 10^{-3}$. Pendiaman larutan dengan waktu di atas 15 menit untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ tidak mengubah hasil absorbansi yang cukup signifikan sedangkan untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ akan menurunkan absorbansi karena kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ telah rusak dan tidak stabil lagi. Selain itu, secara kualitatif dapat dilihat warna larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang semula berwarna merah jingga pekat semakin memudar setelah jangka waktu tertentu.

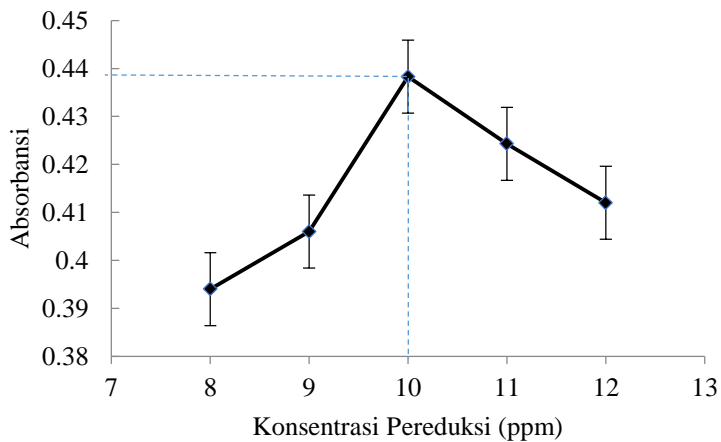
Data-data yang diperoleh tersebut digunakan untuk menghitung harga *Relative Standard Deviation* (RSD) dan

Coefficient of Variation (CV) untuk mengetahui tingkat kepresisian suatu metode. Data dan perhitungannya dapat dilihat pada lampiran F. Pendiaman larutan untuk membentuk kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ yang stabil selama 15 menit menghasilkan tingkat kepresisian yang baik dimana nilai RSD lebih kecil dari 20 ppt yakni berturut-turut 9,885 dan 17,406 serta nilai CV lebih kecil dari 2% yakni berturut-turut 0,988 % dan 1,741 %. Maka waktu pendiaman selama 15 menit merupakan kondisi optimum dan hasil ini dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya.

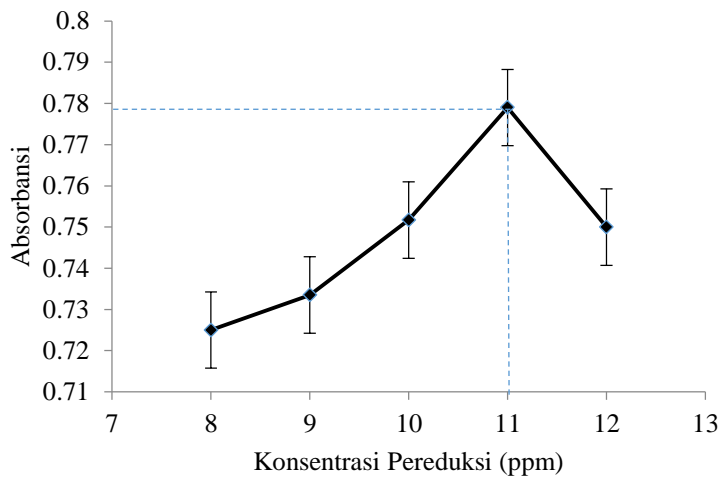
4.4 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi

Penentuan konsentrasi optimum pereduksi bertujuan untuk mengetahui pada konsentrasi berapa pereduksi tersebut memiliki kemampuan terbaik dalam mereduksi ion Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} . Penentuan konsentrasi optimum dari pereduksi ini berpengaruh pada banyaknya ion Fe^{2+} yang tereduksi dalam pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang stabil. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ digunakan dengan beberapa variasi konsentrasi yakni 8, 9, 10, 11, 12 ppm.

Larutan induk Fe^{3+} ditambahkan dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ atau $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dengan beberapa variasi kemudian diukur pada kondisi optimum yang telah ditentukan. Data yang diperoleh dibuat kurva hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi seperti pada Gambar 4.8 merupakan kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dan Gambar 4.9 merupakan kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$.



Gambar 4.8 Kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$



Gambar 4.9 Kurva konsentrasi optimum pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$

Pada Gambar 4.8, konsentrasi optimum dengan pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah 10 ppm dengan absorbansi 0,4348 dan nilai SD =

$2,532 \times 10^{-3}$, sedangkan pada Gambar 4.9 dengan pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ konsentrasi optimum sebesar 11 ppm dengan absorbansi 0,779 dan nilai $\text{SD} = 4,749 \times 10^{-3}$. Di bawah konsentrasi tersebut, absorbansi kurang optimum akibat kurangnya konsentrasi pereduksi yang digunakan untuk mereduksi Fe^{3+} menjadi Fe^{2+} sehingga dalam larutan yang terukur masih terdapat ion Fe^{3+} yang belum tereduksi sehingga senyawa kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk hanya sedikit. Di atas konsentrasi optimum terjadi penurunan absorbansi akibat pereduksi yang digunakan berlebih sehingga dapat berkompetisi dengan pengompleks 1,10-fenantrolin yang dapat mempengaruhi pembentukan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$. Kompetisi inilah yang menyebabkan serapan tidak optimum atau mengalami penurunan ditandai dengan warna merah jingga larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ yang terbentuk sedikit pudar.

Tingkat kepresisian suatu metode dapat dideteksi dengan melakukan perhitungan *Relative Standard Deviation* (RSD) dan *Coefficient of Variation* (CV) sebagaimana yang terlampir pada lampiran F. Diperoleh nilai RSD dan CV masing-masing untuk pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ adalah 5,778 dan 0,578% sedangkan untuk pereduksi $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ adalah 6,096 dan 0,609 %. Data ini baik dan dapat digunakan untuk pengukuran selanjutnya karena telah sesuai dengan batas nilai yang dapat diterima, yakni nilai $\text{RSD} < 20 \text{ ppt}$ dan $\text{CV} < 2\%$.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN

Metode analisis kadar besi secara spektrofotometri UV-Vis dapat ditentukan dengan terlebih dahulu mengetahui kondisi optimum dalam analisisnya. Dari percobaan yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat dijadikan sebagai alternatif pereduksi selain $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, karena kedua pereduksi tersebut memiliki aktifitas yang mirip. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ optimum pada pH 4,5, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ optimum pada pH 5,5. Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ memiliki aktivitas yang lebih baik dibuktikan dengan konsentrasi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yang dibutuhkan lebih sedikit dibandingkan dengan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$, yakni $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 10 ppm, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 11 ppm untuk mereduksi 5 ppm Fe(III). Kedua pereduksi memiliki waktu optimum pembentukan kompleks pada menit ke-15. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ditemukan masih stabil diatas 15 menit, sedangkan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ sudah rusak.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

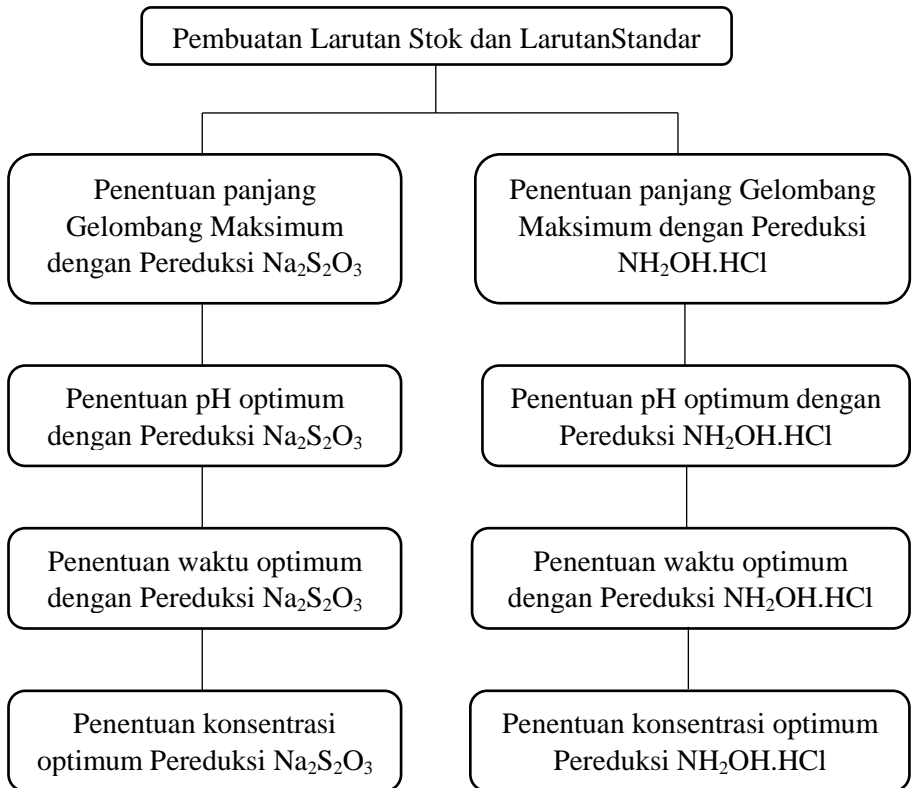
- Andarwulan, N., Feri K., dan Dian H. (2011) *Analisis Pangan*. Jakarta : PT.Dian Rakyat
- Ariyanti, Dita (2011) *Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi $K_2C_2O_4$ dalam Penentuan Kadar Besi dengan Pengompleks 1,10 Fenantrolin secara Spektrofotometri UV – Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia ITS. Surabaya
- Atmajadiningrum, I. (2014) *Pengaruh Penambahan Ion K^+ dalam Analisa Besi(II) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 4,5 menggunakan Spektrofotometer UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- Citak, D., Tuzen, M., & Soylak, M. (2009) Simultaneous coprecipitation of lead, cobalt, copper, cadmium, iron and nickel in food samples with zirconium(IV)hydroxide prior to their flame atomic absorption spectrometric determination. *Food and Chemical Toxicology*, 47, 2302–2307
- Cotton, F. A. dan Geoffrey W. (2009) *Kimia Anorganik Dasar*. Jakarta : Universitas Indonesia Press
- Day, R.A., A.L. Underwood (1989) *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga
- Dewi, D. C. (2012) Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *Alchemy*, Vol.2 No 1 hal. 12-25
- Effendy (2007) *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Fajriati, I. (2006) Optimasi Metode Penentuan Tanin (Analisis Tanin secara Spektrofotometri dengan Pereaksi Orto-fenantrolin). *Food Rev. Int* 5, p. 317 Kaunia Vol.II, No.2
- Fisiana, A. (2012) *Perbandingan kemampuan pereduksi natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$) dengan timah (II) klorida ($SnCl_2$)*

- pada analisa kadar total besi secara spektrofotometer UV-Vis.* Skripsi. Jurusan Kimia ITS, Surabaya
- Garrow, J. S. dan James, W. P. T. (1993) *Human Nutrition and Dietetics, Ninth Edition.* Edinburgh: Churchill Livingstone. Page 174-180
- Hapsoro, R. A. (2012) *Perbandingan kemampuan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dengan kalium oksalat ($\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$) pada analisa kadar total besi secara spektrofotometer UV-Vis.* Skripsi. Jurusan Kimia ITS Surabaya
- Itodo, A. U., Abdullahi U., Saliha B. S., Happiness U. I. (2012) Color Matching Estimation of Iron Concentrations in Branded Iron Supplements Marketed in Nigeria. *Advances in Analytical Chemistry* 2 (1) : 16-23
- Khopkar, S.M. (1990) *Konsep Dasar Kimia Analitik.* Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press)
- Lazic, D., Branko S., Jelena, Penavin S., Ljubica V., Dragana B., Zoran O (2010) Stability of Tris-1, 10-Phenanthroline Iron(II) Complex in Different Composites. *Journal of Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly*, Vol. 16, No. 2, 193-198
- Liyana, D. E. (2011) *Optimasi pH Buffer dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dan Timah(II)Klorida dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis.* Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- Malik, A.K (2000) Direct Spectrophotometric Determination of Ferban (Iron (III) dimetyldithiocarbamate) in Commercial Sample and Wheat Grains using 4,7-Diphenyl-1,10-phenanthroline. *Journal of agriculture and Food Chemistry*, Vol 48, No 12, pp5808-5811
- Miller, J.C (1991) *Statistika untuk Kimia Analitik.* Bandung : ITB Press
- Ningsih, I., H.L. Musa R., Maming (2013) *Optimasi Pengukuran Besi dengan Pereaksi Tiosianat dan 1, 10-fenantrolin serta Gangguan Beberapa Ion secara Aspek*

- Spektrofotometri Sinar Tampak*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA Unhas Makassar, Sulawesi Selatan
- Oxtoby, D. W., Gillis, H.P., Nachtrieb, Norman H., (2001). *Prinsip-prinsip Kimia Modern, Jilid 1*. Jakarta : Erlangga
- Oxtoby, David W., Gillis, H.P., Nachtrieb, Norman H., (2003). *Prinsip-prinsip Kimia Modern, Jilid 2*. Jakarta : Erlangga
- Peng, Bo, Yingping S., Zhuantao G., Min Z., Yongjun M., Shengguo Z. (2015) Determination of total iron in water and foods by dispersive liquid–liquid microextraction coupled with microvolume UV–vis spectrophotometry. *Food Chemistry* 176, 288–293
- Puspaningtyas, A. (2004) *Optimasi pH Buffer Asetat dan Konsentrasi Larutan Pereduksi Natrium Tiosulfat dalam Penentuan Kadar Besi secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- Rahayu, W. S., Asmiyenti D. D., Fauziah (2007) Validasi Penetapan Kadar Besi dalam Sediaan Tablet Multivitamin dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Pharmacy*, Vol. 05 No.01
- Rivai, H. (1995) *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta : UI Press
- Saito, T. (1996) *Buku Teks Kimia Anorganik Online*, diterjemahkan oleh Prof. Dr. Ismunandar Tokyo : Ianami Shoten Publisher
- Skoog D.A., West D.M. and Crouch S.R. (2002) *Analytical chemistry : An Introduction*. 7th ed., USA : Mc. Graw Hill Company
- Sugiarso, D., M. Nadjib, Fredy K., Suprpto, Kun S. B. (1999) *Kimia Analitik I*. Surabaya : ITS Press
- Sugiyarto, K. H., Retno D. S. (2010) *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta : Graha Ilmu
- Sugiyarto, K. H. (2012) *Dasar-dasar Kimia Anorganik Transisi*. Yogyakarta : Graha ilmu
- Sukardjo (1985) *Kimia Anorganik*. Jakarta : Rineka Cipta

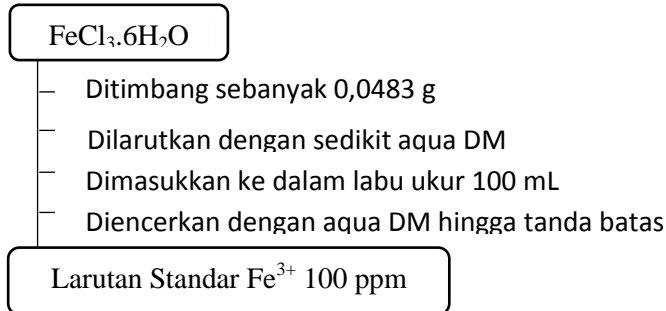
- Supartha, D. A. T. E. (2016) *Perbandingan Metode Analisa Kadar Besi antara Serimetri dan Spektrofotometer UV-Vis dengan Pengompleks o-fenantrolin*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- Svehla, G. (1985) *Vogel: Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif dan Semimikro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pusaka
- Wang, S. (2015) *Studi Gangguan Cu^{2+} pada Analisa Besi(III) dengan Pengompleks 1,10-Fenantrolin pada pH 3,5 secara Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA ITS. Surabaya
- Xiong, C., Jiang, Z., & Hu, B. (2006) Speciation of dissolved Fe(II) and Fe(III) in environmental water samples by micro-column packed with N-benzoyl Nphenylhydroxylamine loaded on microcrystalline naphthalene and determination by electrothermal vaporization inductively coupled plasmaoptical emission spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 559, 113–119.

LAMPIRAN A LANGKAH PENELITIAN

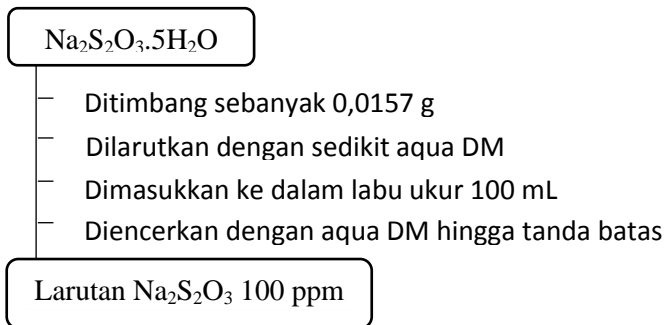


LAMPIRAN B SKEMA KERJA

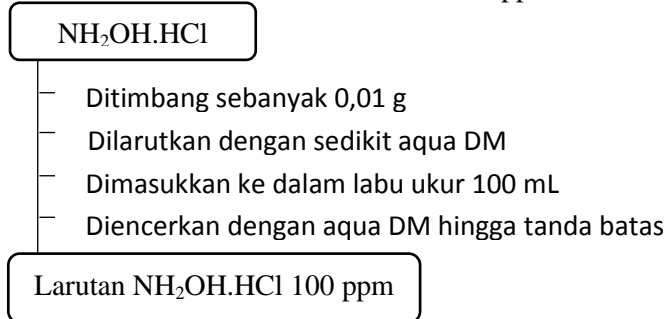
B.1 Pembuatan Larutan Standar Fe^{3+} 100 ppm



B.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm



B.3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ 100 ppm



B.4 Pembuatan Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

1,10-Fenantrolin_(s)

- Ditimbang sebanyak 0,1 g
- Dilarutkan dengan 50 mL aqua DM di dalam gelas beaker
- Dipanaskan dengan suhu 60°C dan diaduk hingga larut
- Didinginkan
- Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- Diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas

Larutan 1,10-Fenantrolin 1000 ppm

B.5 Pembuatan Larutan Buffer Asetat

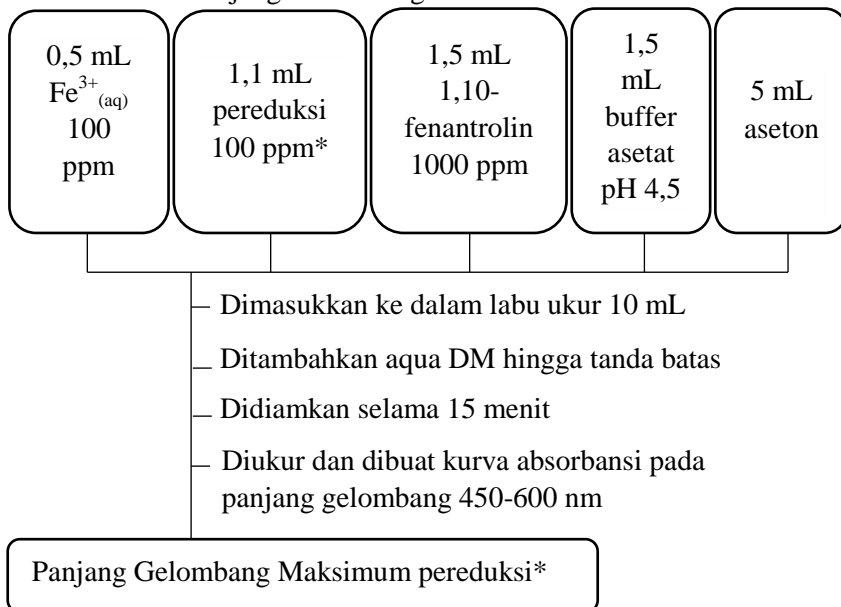
CH₃COONa

- Ditimbang sebanyak 3,8554 g
- Dilarutkan dengan sedikit aqua DM di dalam gelas beaker
- Dimasukkan dalam labu ukur 100 mL
- Ditambahkan 5 mL CH₃COOH ($K_a = 1,75 \times 10^{-5}$)
- Diencerkan dengan aqua DM hingga tanda batas
- Diukur pH menggunakan pH meter digital

Larutan buffer pH 4,5

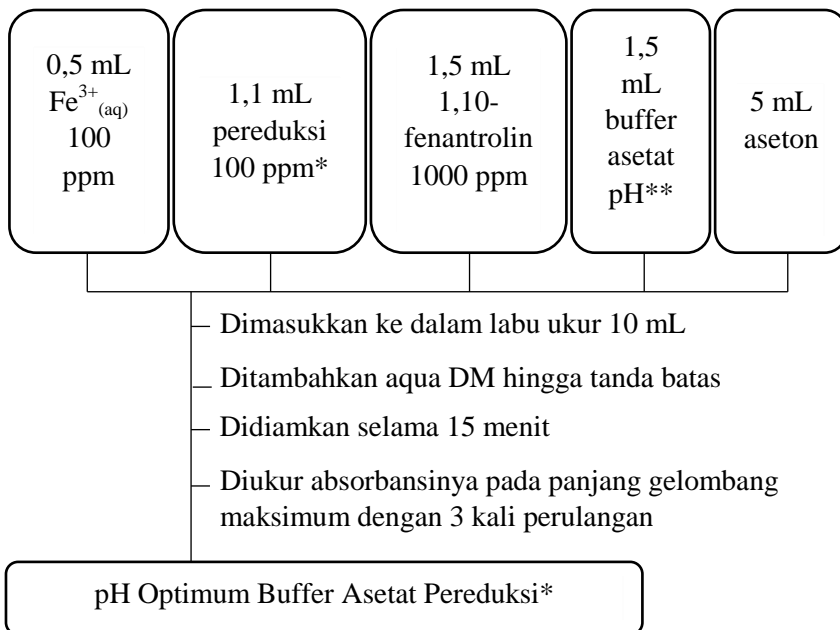
* Dibuat variasi pH pada 3; 3,5; 4; 4,5; 5; 5,5 dan 6. Perhitungan dapat dilihat pada lampiran C.5

B.6 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum



* Pereduksi yang digunakan adalah $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3_{(\text{aq})}$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$

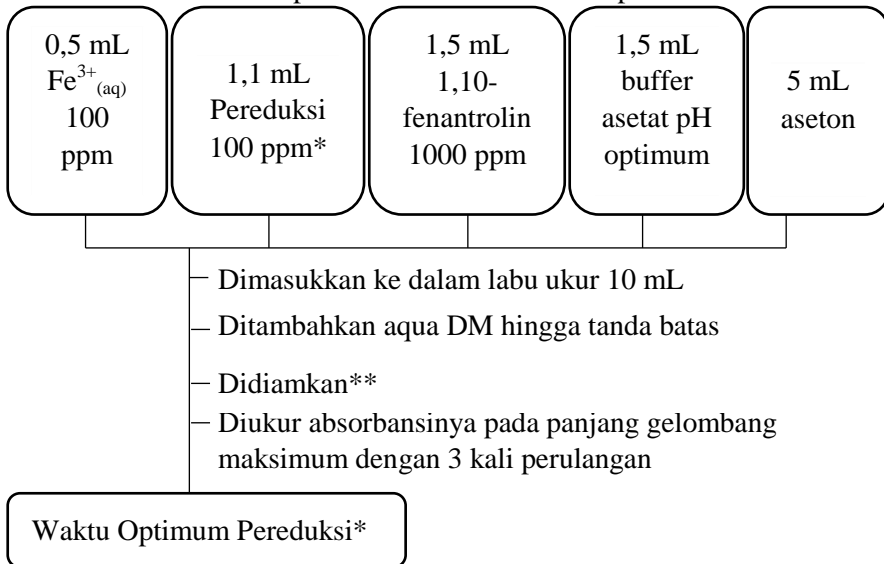
B.7 Penentuan pH Optimum Larutan Buffer Asetat



* Pereduksi yang digunakan adalah $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_{3(\text{aq})}$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$

** Dilakukan pula untuk larutan buffer asetat dengan variasi pH 3; 3,5; 4; 4,5; 5; 5,5; dan 6

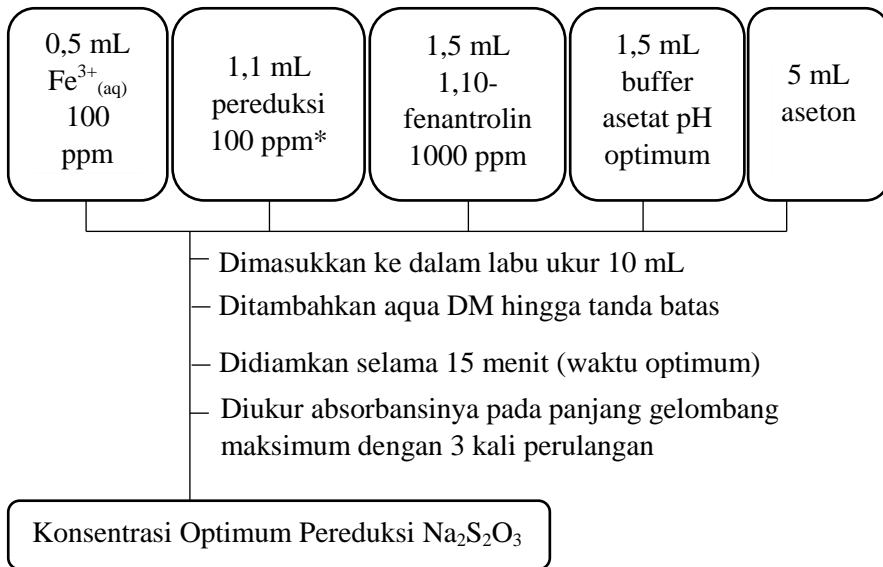
B.8 Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks



* Pereduksi yang digunakan adalah $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3_{(\text{aq})}$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$

** Didiamkan 15, 30, 45, 60 dan 75 menit sebelum pengukuran. Dibuat juga larutan kompleks $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ dan dilakukan pengukuran langsung (tanpa pendiaman)

B.9 Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi



- * Pereduksi yang digunakan adalah $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_{3(\text{aq})}$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$
- * Dilakukan variasi volume pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_{3(\text{aq})}$ dan $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}_{(\text{aq})}$ yakni 0,8; 0,9; 1,0; 1,1 dan 1,2 mL sehingga konsentrasinya 8, 9, 10, 11 dan 12 ppm dalam 10 mL larutan

LAMPIRAN C

PERHITUNGAN PEMBUATAN LARUTAN

C.1 Pembuatan Larutan Fe^{3+} 100 ppm

Larutan standar Fe^{3+} 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{ppm Fe} \times \text{Mr FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Fe}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{100 \text{ ppm} \times 270,5 \text{ gr/mol}}{56 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 483,035 \text{ ppm} = 483,035 \text{ mg/L}$$

$$\text{ppm FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$483,035 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 483,035 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 48,3035 \text{ mg}$$

$$\text{massa FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,0483 \text{ gram}$$

Jadi banyaknya $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang harus dilarutkan untuk memperoleh 100 ppm Fe^{3+} dalam 100 mL adalah 0,0483 gram. Larutan kerja yang digunakan adalah larutan standar Fe^{3+} yang mengandung 5 ppm yang dibuat dengan mengencerkan larutan standar Fe^{3+} 100 ppm dengan volume ambil sesuai perhitungan hingga volume menjadi 10 mL.

Perhitungannya menggunakan rumus sebagai berikut :

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 5 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Dimana,

V_1 = volume ambil larutan standar Fe^{3+} 100 ppm

V_2 = volume larutan standar Fe^{3+} yang digunakan

M_1 = konsentrasi larutan standar Fe^{3+} 100 ppm

M_2 = konsentrasi larutan standar Fe^{3+} yang dibutuhkan

C.2 Pembuatan Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm

Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm dibuat dari padatan kristal $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\frac{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Ar Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}{\text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}$$

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$$

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{100 \text{ ppm} \times 248,092 \text{ gr/mol}}{158,097 \text{ gr/mol}}$$

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 156,92 \text{ ppm} = 156,92 \text{ mg/L}$$

$$\text{ppm Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$156,92 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 156,92 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 15,692 \text{ mg}$$

$$\text{massa Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = 0,0157 \text{ gram}$$

Adapun $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ divariasi dengan konsentrasi 8; 9; 10; 11; dan 12 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 8 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 100 ppm pada tabel berikut.

Tabel C.1 Volume ambil larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Konsentrasi Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL)
8	0,8
9	0,9
10	1
11	1,1
12	1,2

C.3 Pembuatan Larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 100 ppm

Larutan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 100 ppm dibuat dari padatan $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm NH}_2\text{OH.HCl} = \frac{\text{massa NH}_2\text{OH.HCl}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$100 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa NH}_2\text{OH.HCl}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa NH}_2\text{OH.HCl} = 10 \text{ mg/L} \times 1 \text{ L}$$

$$\text{massa NH}_2\text{OH.HCl} = 0,01 \text{ g}$$

Adapun $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ divariasi dengan konsentrasi 8; 9; 10; 11; dan 12 ppm yang dilakukan dengan menggunakan rumus sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$100 \text{ ppm} \cdot V_1 = 8 \text{ ppm} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

Dengan cara yang sama dapat diketahui volume ambil larutan standar $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ 100 ppm pada tabel berikut.

Tabel C.2 Volume ambil larutan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$

Konsentrasi Larutan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ (ppm)	Volume ambil larutan $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ (mL)
8	0,8
9	0,9
10	1
11	1,1
12	1,2

C.4. Pembuatan Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm

Larutan 1,10-fenantrolin 1000 ppm dibuat dari padatan 1,10-fenantrolin anhidrat yang dilarutkan dalam 100 mL aqua DM. Perhitungan berat 1,10-fenantrolin dapat dilihat sebagai berikut.

$$\text{ppm 1,10-fenantrolin} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{\text{volume aqua DM}}$$

$$1000 \text{ mg/L} = \frac{\text{massa 1,10-fenantrolin}}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 1000 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{massa 1,10-fenantrolin} = 0,1 \text{ gram}$$

C.5. Pembuatan Larutan Buffer Asetat pH 4,5

Larutan buffer asetat pH 4,5 dibuat dari padatan natrium asetat (CH_3COONa) yang dilarutkan dalam 5 mL asam asetat glasial (CH_3COOH) dan sejumlah aqua DM. Perhitungannya dapat dilihat berikut ini.

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = \frac{100}{100} \times \rho \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = 1 \times 1,049 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = 1,049 \text{ kg/L}$$

$$\text{CH}_3\text{COOH } 100\% = 1049 \text{ gram/L}$$

Konsentrasi tersebut selanjutnya diubah dalam bentuk molaritas (M),

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1049 \text{ gram/L}}{M_r \text{ CH}_3\text{COOH}}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = \frac{1049 \text{ gram/L}}{60,05 \text{ gram/mol}}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = 0,017 \text{ mol/mL}$$

$$M \text{ CH}_3\text{COOH} = 17 \text{ mol/L}$$

Dari CH_3COOH diambil sebanyak 5 mL dan diencerkan dalam 100 mL larutan sehingga dapat diketahui mol CH_3COOH , dengan perhitungan sebagai berikut.

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$M_1 \cdot 100 \text{ mL} = 17 \text{ mol/L} \cdot 5 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,85 \text{ M}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = M \text{ CH}_3\text{COOH} \cdot V \text{ CH}_3\text{COOH}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,85 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COOH} = 0,085 \text{ mol}$$

Selanjutnya dapat dihitung mol CH_3COONa dan massanya yang dibutuhkan untuk membuat buffer pH 4,5.

$$[\text{H}^+] = K_a \times \left(\frac{\text{mol CH}_3\text{COOH}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$10^{-4,5} = 1,75 \times 10^{-5} \cdot \left(\frac{0,085 \text{ mol}}{\text{mol CH}_3\text{COONa}} \right)$$

$$\text{mol CH}_3\text{COONa} = 0,047 \text{ mol}$$

$$\text{mol CH}_3\text{COONa} = \frac{\text{massa CH}_3\text{COONa}}{\text{Mr CH}_3\text{COONa}}$$

$$0,047 \text{ mol} = \frac{\text{massa } \text{CH}_3\text{COONa}}{82,03 \text{ gram/mol}}$$

$$\text{massa } \text{CH}_3\text{COONa} = 3,8554 \text{ gram}$$

Dilakukan variasi pH dari 3; 3,5; 4; 4,5; 5; 5,5; dan 6 dalam 100 mL larutan dengan perhitungan yang sama, maka diperoleh hasil perhitungan sebagai berikut.

Tabel C.3 Banyaknya $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan CH_3COOH yang dibutuhkan untuk 100 mL larutan

pH buffer	$\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (gram)	CH_3COOH (mL)
3	0,0251	1
3,5	0,0793	1
4	0,2508	1
4,5	3,8554	5
5	2,5080	1
5,5	1,5860	0,2
6	5,0154	0,2

LAMPIRAN D

DATA ABSORBANSI PEMBUATAN PANJANG GELOMBANG MAKSIMUM

D.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.1 Data Penentuan λ maksimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ rentang 450-600 nm interval 5nm

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
450	0.220
460	0.226
470	0.236
480	0.241
490	0.243
500	0.245
501	0.245
502	0.246
503	0.246
504	0.247
505	0.246

506	0.247
507	0.247
508	0.247
509	0.248
510	0.247
511	0.246
512	0.247
513	0.246
514	0.245
515	0.244
516	0.242
517	0.240
518	0.238

519	0.236
520	0.235
530	0.203
540	0.163
550	0.126

560	0.098
570	0.084
580	0.077
590	0.073
600	0.069

Tabel D.2 Data Penentuan λ maksimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ rentang 500-520 nm interval 1nm

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
500	0.226
501	0.227
502	0.227
503	0.228
504	0.229
505	0.229
506	0.229
507	0.230
508	0.230
509	0.231

510	0.230
511	0.229
512	0.229
513	0.228
514	0.227
515	0.225
516	0.223
517	0.222
518	0.220
519	0.217
520	0.215

D.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel D.3 Data Penentuan λ maksimum $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ rentang 450-600 nm interval 1nm

Panjang Gelombang (nm)	Absorbansi
500	0.472
501	0.474
502	0.476
503	0.478
504	0.480
505	0.481
506	0.483
507	0.485
508	0.486
509	0.487

510	0.489
511	0.499
512	0.504
513	0.49
514	0.483
515	0.481
516	0.477
517	0.473
518	0.469
519	0.464
520	0.458

LAMPIRAN E

PERHITUNGAN KECERMATAN (PRESISI)

E.1 Perhitungan Rataan

1. Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Data yang digunakan diambil dari lampiran F, yaitu penentuan konsentrasi optimum $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan tiga kali perulangan (n-3), misalnya data pada konsentrasi 10 ppm dengan absorbansi 0,436; 0,438; dan 0,441 maka untuk menghitung nilai rataan adalah :

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n} = 0,438$$

2. Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$)

Data yang digunakan diambil dari lampiran F, yaitu penentuan konsentrasi optimum $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dengan tiga kali perulangan (n-3), misalnya data pada konsentrasi 10 ppm dengan absorbansi 0,773; 0,782; dan 0,781 maka untuk menghitung nilai rataan adalah :

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n} = 0,779$$

E.2 Standar Deviasi

1. Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Perhitungan deviasi standar menggunakan data seperti pada rata-rata di atas, maka dapat dihitung sebagai berikut.

N	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,436	0,4383	-0,0023	$5,44 \times 10^{-6}$
2	0,438	0,4383	-0,0003	$9,0 \times 10^{-8}$
3	0,441	0,4383	0,0027	$7,29 \times 10^{-6}$
$n = 3$				$1,282 \times 10^{-5}$

Standar deviasi dihitung dengan persamaan (2.5) dan diperoleh hasil sebesar $2,532 \times 10^{-3}$. Kemudian dilakukan perhitungan hasil analisa dimana pada perhitungan ini dilakukan dengan batas kepercayaan (t) 95% dengan $n-1$ adalah 2, sehingga t yang digunakan bernilai 4,3. Data yang digunakan sebagai contoh perhitungan ini sesuai dengan data pada rata-rata dan standar deviasi yaitu :

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{t \cdot SD}{\sqrt{n}}$$

$$\mu = 0,4383 \pm 0,0077$$

Jadi data yang sesungguhnya adalah $0,4383 \pm 0,0063$.

2. Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)

Perhitungan deviasi standar menggunakan data seperti pada rata-rata diatas, maka dapat dihitung sebagai berikut.

N	x	\bar{x}	$x - \bar{x}$	$(x - \bar{x})^2$
1	0,773	0,779	-0,006	$3,21 \times 10^{-5}$
2	0,782	0,779	0,003	$9,0 \times 10^{-6}$
3	0,781	0,779	0,002	$4,0 \times 10^{-6}$
n = 3				$4,51 \times 10^{-5}$

Standar deviasi dihitung dengan persamaan (2.5) dan diperoleh hasil sebesar $4,748 \times 10^{-3}$. Kemudian dilakukan perhitungan hasil analisa dimana pada perhitungan ini dilakukan dengan batas kepercayaan (t) 95% dengan n-1 adalah 2, sehingga t yang digunakan bernilai 4,3. Data yang digunakan sebagai contoh perhitungan ini sesuai dengan data pada rata-rata dan standar deviasi yaitu :

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{t.SD}{\sqrt{n}}$$

$$\mu = 0,779 \pm 0,0144$$

Jadi data yang sesungguhnya adalah $0,4383 \pm 0,0063$.

E.3 *Coefficient of Variation (CV)*

1. Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Nilai CV diperoleh dari data rata-rata dan deviasi standar yang dihitung menggunakan persamaan (2.7) dan diperoleh hasil 0,578 %.

2. Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)

Nilai CV diperoleh dari data rata-rata dan deviasi standar yang dihitung menggunakan persamaan (2.7) dan diperoleh hasil 0,609 %.

Nilai $\text{CV} \leq 2\%$ menunjukkan presisi yang baik pada metode tersebut.

E.4 *Relative Standard Deviation (RSD)*

1. Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Nilai RSD merupakan suatu ukuran kepresisian dari metode disamping nilai CV. Nilai RSD dihitung menggunakan persamaan (2.6) dan diperoleh hasil 5,778 ppt.

2. Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)

Nilai RSD merupakan suatu ukuran kepresisian dari metode disamping nilai CV. Nilai RSD dihitung menggunakan persamaan (2.6) dan diperoleh hasil 6,096 ppt.

Nilai $\text{RSD} \leq 20$ ppt menunjukkan presisi yang baik pada metode tersebut sehingga dapat digunakan untuk penelitian selanjutnya.

LAMPIRAN F
DATA PERHITUNGAN KECERMATAN (PRESISI)
KONDISI OPTIMUM

F.1. Penentuan pH Optimum Buffer Asetat untuk Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel F.1 Data penentuan pH optimum buffer asetat pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3,5	0,121	$1,527 \times 10^{-3}$	1,285	12,588
2		0,123			
3		0,120			
$\mu = 0,121 \pm 0,0046$					
1	4	0,213	$2,517 \times 10^{-3}$	1,167	11,667
2		0,216			
3		0,218			
$\mu = 0,216 \pm 0,0076$					
1	4,5	0,230	$4,163 \times 10^{-3}$	1,787	17,867
2		0,232			
3		0,238			
$\mu = 0,233 \pm 0,013$					
1	5	0,215	$2,517 \times 10^{-3}$	1,185	11,854
2		0,212			
3		0,210			
$\mu = 0,212 \pm 0,0076$					

1	5,5	0,192	$1,527 \times 10^{-3}$	0,153	1,527
2		0,194			
3		0,191			
$\mu = 0,192 \pm 0,0046$					
1	6	0,160	$1,000 \times 10^{-3}$	0,629	6,289
2		0,159			
3		0,158			
$\mu = 0,159 \pm 0,0030$					

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation* (%)

RSD = *Relative Standard Deviation* (ppt)

F.2. Penentuan pH Optimum Buffer Asetat untuk Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel F.2 Data penentuan pH optimum buffer asetat pereduksi hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$)

n	pH	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	3	0,094	$1,528 \times 10^{-3}$	1,625	16,251
2		0,092			
3		0,095			
$\mu = 0,094 \pm 0,0038$					
1	3,5	0,112	$2,134 \times 10^{-3}$	1,958	19,581
2		0,108			
3		0,108			
$\mu = 0,109 \pm 0,0053$					

1	4	0,112	$1,374 \times 10^{-3}$	1,249	12,495
2		0,110			
3		0,109			
$\mu = 0,110 \pm 0,0034$					
1	4,5	0,104	$1,000 \times 10^{-3}$	0,961	9,615
2		0,105			
3		0,103			
$\mu = 0,104 \pm 0,0025$					
1	5	0,109	$1,598 \times 10^{-3}$	1,467	14,666
2		0,108			
3		0,111			
$\mu = 0,109 \pm 0,0039$					
1	5,5	0,150	$2,000 \times 10^{-3}$	1,316	13,158
2		0,154			
3		0,152			
$\mu = 0,152 \pm 0,0049$					
1	6	0,080	$1,374 \times 10^{-3}$	1,697	16,968
2		0,082			
3		0,082			
$\mu = 0,081 \pm 0,0034$					

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation (%)*

RSD = *Relative Standard Deviation (ppt)*

F.3. Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks dengan Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel F.3 Data penentuan waktu optimum pembentukan kompleks dengan pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1 2 3	0	0,027 0,027 0,027	0	0	0
$\mu = 0,027 \pm 0$					
1 2 3	15	0,138 0,140 0,140	$1,374 \times 10^{-3}$	0,988	9.885
$\mu = 0,139 \pm 0,0034$					
1 2 3	30	0,143 0,140 0,143	$1,732 \times 10^{-3}$	1,220	12,197
$\mu = 0,142 \pm 0,0043$					
1 2 3	45	0,148 0,147 0,148	$7,416 \times 10^{-4}$	0,501	5,011
$\mu = 0,148 \pm 0,0018$					
1 2 3	60	0,148 0,148 0,148	0	0	0
$\mu = 0,148 \pm 0$					

1	75	0,144	2,055 x 10 ⁻³	1,417	14,170
2		0,147			
3		0,143			
μ = 0,145 ± 0,0051					

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation (%)*

RSD = *Relative Standard Deviation (ppt)*

F.4. Penentuan Waktu Optimum Pembentukan Kompleks dengan Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel F.4 Data penentuan waktu optimum pembentukan kompleks dengan pereduksi hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH.HCl}$)

n	Waktu (menit)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	0	0,122	$1,598 \times 10^{-3}$	1,310	13,103
2		0,121			
3		0,124			
$\mu = 0,122 \pm 0,0039$					
1	15	0,149	$2,646 \times 10^{-3}$	1,741	17,406
2		0,153			
3		0,154			
$\mu = 0,152 \pm 0,0066$					

1	30	0,110	2×10^{-3}	1,802	18,018
2		0,112			
3		0,108			
$\mu = 0,110 \pm 0,0049$					
1	45	0,108	1×10^{-3}	0,917	9,174
2		0,109			
3		0,110			
$\mu = 0,109 \pm 0,0025$					
1	60	0,110	1×10^{-3}	0,909	9,091
2		0,111			
3		0,109			
$\mu = 0,110 \pm 0,0025$					

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation* (%)

RSD = *Relative Standard Deviation* (ppt)

F.5. Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel F.5 Data penentuan konsentrasi optimum pereduksi natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	8	0,393	1×10^{-3}	0,254	2,538
2		0,394			
3		0,395			
$\mu = 0,394 \pm 0,0025$					
1	9	0,406	$1,599 \times 10^{-3}$	0,394	3,937
2		0,404			
3		0,407			
$\mu = 0,406 \pm 0,0039$					
1	10	0,436	$2,532 \times 10^{-3}$	0,578	5,778
2		0,438			
3		0,441			
$\mu = 0,438 \pm 0,0063$					
1	11	0,423	1×10^{-3}	0,236	2,358
2		0,424			
3		0,425			
$\mu = 0,424 \pm 0,0025$					
1	12	0,411	$4,712 \times 10^{-4}$	0,114	1,144
2		0,412			
3		0,412			
$\mu = 0,412 \pm 0,0012$					

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation* (%)

RSD = *Relative Standard Deviation* (ppt)

F.6. Penentuan Konsentrasi Optimum Pereduksi Hidroksilamin Hidroklorida (NH₂OH.HCl)

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data sebagai berikut.

Tabel F.6 Data penentuan konsentrasi optimum pereduksi hidroksilamin hidroklorida (NH₂OH.HCl)

n	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi	SD	CV (%)	RSD (ppt)
1	8	0,726	1×10^{-3}	0,138	1,379
2		0,724			
3		0,725			
$\mu = 0,725 \pm 0,0025$					
1	9	0,735	$1,375 \times 10^{-3}$	0,187	1,873
2		0,733			
3		0,733			
$\mu = 0,734 \pm 0,0034$					
1	10	0,753	1×10^{-3}	0,133	1,330
2		0,752			
3		0,751			
$\mu = 0,752 \pm 0,0025$					
1	11	0,773	$4,749 \times 10^{-3}$	0,609	6,096
2		0,782			
3		0,781			
$\mu = 0,779 \pm 0,0118$					

1		0,750			
2		0,749	$7,454 \times 10^{-4}$	0,099	0,994
3		0,750			
$\mu = 0,750 \pm 0,0019$					

Dimana,

SD = Standar Deviasi

CV = *Coefficient of Variation* (%)

RSD = *Relative Standard Deviation* (ppt)

LAMPIRAN G
DATA PERBANDINGAN AKTIVITAS OPTIMUM
PEREDUKSI

No.		Pereduksi $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Pereduksi $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$
1.	pH	4,5	5,5
2.	Waktu kestabilan	15 menit	15 menit
3.	Konsentrasi	10 ppm	11 ppm

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis lahir di Tulungagung pada tanggal 5 Februari 1995 sebagai anak kedua dari tiga bersaudara. Penulis adalah alumnus dari SD Negeri 1 Bangunmulyo, SMP Negeri 1 Kauman, dan SMA Negeri 1 Kauman. Penulis melanjutkan pendidikan tinggi di jurusan Kimia Fakultas MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya melalui jalur SNMPTN undangan tahun 2013. Penulis sempat menempuh kerja praktik di PT. Dahana (Persero) Subang, Jawa Barat pada tahun 2016. Selama menempuh pendidikan di ITS, penulis aktif dalam beberapa organisasi, diantaranya Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS periode 2014/2015 sebagai staff Departemen Sosial Bidang Sosial Masyarakat, dan sebagai sekretaris Ikatan Mahasiswa ITS Alumni SMAN 1 Kauman pada tahun yang sama. Penulis menyelesaikan studi di jurusan Kimia FMIPA ITS dengan mengambil Tugas Akhir berjudul “Perbandingan Kondisi Optimum Pereduksi Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) dan Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$) pada Analisa Kadar Total Besi secara Spektrofotometri UV-Vis”. Penulis dapat dihubungi dan diajak berdiskusi melalui email devita.xiia4.6@gmail.com